F1503/7
L 034 130
Nº: 1-4
Vol: 26

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAȘI

Tomul XXVI (XXX)

Fasc. 1—4

Secția VII

TEXTILE PIELĂRIE

1980

1883

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI

Tomul XXVI (XXX)

Fasc. 1—4

Secţia VII

TEXTILE. PIELĂRIE

1980

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI

Tomul XXVI (XXX)

Fasc. 1—4

Secţia VII

TEXTILE
PIELĂRIE

1980

COLEGIUL DE REDACȚIE

Prof. dr. doc. **VAL. BLIDARU**
Prof. dr. doc. **N.V. BOȚAN**
Prof. dr. ing. **M. GAFIȚANU** (președinte)
Prof. dr. **P. MÂLCOMETE**
Prof. dr. doc. **D. MANGERON**
Prof. dr. ing. **T. SILION**
Acad. prof. dr. doc. **CR. SIMIONESCU**
Prof. dr. ing. **I. VLAD**

COMITETUL DE REDACȚIE AL SECȚIEI VII. Textile. Pielărie

Prof. dr. ing. **VOINEA COCIU**
Prof. dr. ing. **OLIMPIA MARCHIȘ**
Conf. dr. ing. **FILIP REICHER**

REDACȚIA

Prof. dr. doc. **D. MANGERON**
(redactor responsabil)
Prof. dr. doc. ing. **ALFRED BRAIER**
(secretar)
Asist. ing. **ANETA BRAIER**
(redactor)

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
BULLETIN OF THE POLYTECHNIC INSTITUTE OF JASSY
ИЗВЕСТИЯ ЯССКОГО ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4 **198**

Secţia VII

TEXTILE. PIELĂRIE

SUMAR

Pag.

GH. CHIRIŢĂ şi A. BRIA, Rezistenţa legăturii peptidice în mediu acid şi alcalin (germ., rez. rom.) 7

I. ROŞCA, MIRCEA PALAMARU, C. CIOBANU, ELENA ŞTEFANCU şi VIOLETA ROTARU, Interacţiunea poliuretanilor cu ionii metalelor alcaline şi acalino-pământoase. (II) Stabilitatea în mediu apos şi acţiunea efectului caloric asupra poliuretanilor care conţin ioni de sodiu, potasiu, magneziu şi calciu (rom., rez. engl.) 19

V. MACOVEI şi SAVEL IFRIM, Studiul spectrului infraroşu al L-α-alaninei (engl., rez. rom.) 27

ANIŞOARA BOLD, LUCIA BOSNEA şi ELENA ZAHARIA, Utilizarea gelului de silice românesc la separarea unor amestecuri de coloranţi prin metoda cromatografiei în strat subţire (engl., rez. rom.) 31

MOHAMED A. EID (Egipt), Studiul teoretic al mişcării suveicii în maşina clasică de ţesut (engl., rez. rom.) 35

FLORIN VĂLU, ELENA ILIESCU şi LILIANA STOICHIŢESCU, Cercetări asupra neşifonabilităţii ţesăturilor celulozice tip bumbac şi tip mătase prin policondensare în cîmp de radiaţii infraroşii (rom., rez. engl.) 41

TANIA FORST, ELENA ILIESCU şi SAVEL IFRIM, Testarea calităţii unor coloranţi de tp Cottestren obţinuţi prin prelucrare—amestecare (germ., rez. rom.) 47

OTILIA MÂLCOMETE, MIRCEA MATEESCU, RODICA BUDULAN şi MARIANA BORŞ, Cercetări privind variaţia diametrului aparent al firelor poliesterice texturate în timpul procesului de tricotare (rom., rez. germ.) 53

JULIETA HOMUTESCU, OTILIA MÂLCOMETE şi ALEXANDRINA LIUBEC, Cercetări asupra corelaţiei unor caracteristici fizice şi mecanice la fire poliesterice texturate vopsite neuniform (rom., rez. franc.) 59

LIVIA HARGHEL, MARIANA VÎLCU şi MARIANA NECULĂIASA, Cercetări privind posibilitatea îmbunătăţirii sistemului clasic de filare prin utilizarea unui inel de filat antrenat în mişcare de rotaţie (germ., rez. rom.) . . 63

C. PREDA, Contribuţii la calculul parametrilor de structură ai produselor textile netesute consolidate prin coasere— tricotare, pe maşini tip Arachné şi Maliwatt (rom., rez. engl.) 69

EMIL HAGIU, OTILIA MÂLCOMETE, STELIAN FILIPESCU, VIORICA BUDEANU, DAN IRIMICIUC, ELENA LUCA, CORNEL PARASCHIV şi LILIA DIMITRIU, Cercetări privind prelucrarea în tricotaje a firelor PES-SET (rom., rez. franc.) 75

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
BULLETIN OF THE POLYTECHNIC INSTITUTE OF JASSY
ИЗВЕСТИЯ ЯССКОГО ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА
Tom XXVI (XXX), Fasc. 1–4 1980

Section VII

TEXTILES. LEATHERSHIP

CONTENTS

Pp.

GH. CHIRIŢĂ und A. BRIA, Die Beständigkeit der Peptidbindungen in sauren und alcalischen Medien (German, Romanian summary) 7

I. ROŞCA, MIRCEA PALAMARU, C. CIOBANU, ELENA ŞTEFANCU and VIOLETA ROTARU, Interaction of Polyurethanes with Ions of Alkaline and Alkaline-Earth Metals. (II) Stability in the Aqueos Medium and Action of Caloric Effect on Polyurethanes Containing Na^+, K^+, Mg^{2+} and Ca^{2+} Ions (Romanian, English summary). 19

V. MACOVEI and SAVEL IFRIM, The Study of Infrared Spectrum of L-α-Alanine (English, Romanian summary) 27

ANIŞOARA BOLD, LUCIA BOSNEA and ELENA ZAHARIA, Utilisation of Romanian Silicagel for Separation of some Dyestuffs by Thin Layer Chromatography (English, Romanian summary) 31

MOHAMED A. EID (Egypt), Theoretical Study of the Shuttle Motion in the Conventional Weaving Machine (English, Romanian summary) 35

FLORIN VĂLU, ELENA ILIESCU and LILIANA STOICHIŢESCU, Researches for Crease-Proof on Cellulosic Textures Type Cotton and Silk by Polycondensation in a Field of Infra Red Radiations (Romanian, English summary) 41

TANIA FORST, ELENA ILIESCU und SAVEL IFRIM, Qualitätstesten von Farbstoffen des Cottestren-Types, die durch Verarbeitung-Mischen erhalten wurden (German, Romanian summary) 47

OTILIA MÂLCOMETE, MIRCEA MATEESCU, RODICA BUDULAN und MARIANA BORŞ, Forschungen hinsichtlich Variation des aparenten Durchmessers der texturierten Polyesterfäden unter der Wirkung der Beanspruchungen im Wirkprozess (German, Romanian summary) 53

JULIETA HOMUTESCU, OTILIA MÂLCOMETE et ALEXANDRINA LIUBEC, Recherches sur la corrélation des certaines caractéristiques physiques et mécaniques des fils polyesters texturés, inégalement teinturés (Romanian, French summary) 59

LIVIA HARGHEL, MARIANA VÎLCU und MARIANA NECULĂIASA, Untersuchungen zur Mögiichkeit der Verbesserung des klassischen Spinnverfahrens, unter Verwendung eines mitrotierenden Spinnrings (German, Romanian summary). 63

C. PREDA, Contributions to the Calculation of Structure Parameters of Nonwoven Textiles Fabrics Reinforced by Stitch-Knitting Proceedings on Arachné and Maliwatt Machines (Romanian, English summary) 69

EMIL HAGIU, OTILIA MÂLCOMETE, STELIAN FILIPESCU, VIORICA BUDEANU, DAN IRIMICIUC, ELENA LUCA, CORNEL PARASCHIV et LILIA DIMITRIU, Recherches sur la mise en oeuvre en tricotage des fils PES-SET (Romanian, French summary) 75

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
BULLETIN OF THE POLYTECHNIC INSTITUTE OF JASSY
ИЗВЕСТИЯ ЯССКОГО ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА
Том XXVI (XXX), Вып. 1—4 1980

Секция VII

ТЕКСТИЛЬ. КОЖЕВНИЧЕСТВО

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Г. КИРИЦЭ и А. БРИЯ, Сопротивление пептидной связи в кислотнои и щюлочнои среде (нем., рез. рум.) 7

И.РОШКА, МИРЧЯ ПАЛАМАРУ, К. ЧИОБАНУ, ЭЛЕНА ШТЕФАНКУ и ВИОЛЕТА РОТАРУ, Взаимодеиствие полиуретанов с щелочными щелочноземельными ионами металлами. (II) Стабильность в водной среде и действие тепловой эфекта к полиуретанами содержащи ми ионами Na^+, K^+, Mg^{2+} и Ca^{2+} (рум., рез. англ.) 19

В. МАКОВЕИ и САВЕЛЬ ИФРИМ, Изучение инфракрасного спектра L-α-аланида (англ., рез. рум.) 27

АНИШОАРА БОЛД, ЛУЧИА БОСНЯ и ЗЛЕНА ЗАХАРИЯ, Применение румынского силикагела отделение некоторых смесеи красителеи методом хроматографии в тонких слоях (англ., рез. рум.) 31

МОХАМЕД А. ЭИД (Егинет), Теоретическое изучение движения челнока в классическом ткацком станке (англ., рез. рум.) 35

ФЛОРИН БЭЛУ, ЭЛЕНА ИЛИЕСКУ и ЛИЛИАНА СТОИКИЦЕСКУ, Исследования несминаемости целлюлозных тканей типа хлопка и шёлка поликонденсацией в поле инфракрасного излучения (рум., рез. англ.) 41

ТАНИЯ ФОРСТ, ЭЛЕНА ИЛИЕСКУ и САВЕЛЬ ИФРИМ, Проба качества некоторых красителеи типа Коттесрен полученных методом обработки — смешивания (нем., рез. рум.) 47

ОТИЛИЯ МЫЛКОМЕТЕ, МИРЧЯ МАТЕЕСКУ, РОДИКА БУДУЛАН и МАРИАНА БОРШ, Исследования относительно вариации видимого диаметра полиэфирных тектированных волокон в процессе петлеобразования (рум., рез. нем.) 53

ЖУЛИЕТА ХОМУТЕСКУ, ОТИЛИЯ МЫЛКОМЕТЕ и АЛЕКСАНДРИНА ЛЮБЕК, К вопросу соотношения некоторых физических и механических свойств полиэфирных текстурированных неоднообразно выкрошенных нитей (рум., рез. франц.) 59

ЛИВИА ХАРГЕЛЬ, МАРИАНА ВЫЛЬКУ и МАРИАНА НЕКУЛЭИАСА, Исследования о способностй улучщения класической системе при использования одного фйлиерного кольца вцеплен в кругово движение (нем., рез рум.) 63

К. ПРЕДА, К расчета параметров структуры нетканых текстильных полотен, изготовлены холстопро-вязывающих (вязально-пошильных) машинах типа Арахне и Маливатт (рум., рез англ.) . . . 69

ЭМИЛ ХАДЖЮ, ОТИЛИЯ МЫЛКОМЕТЕ, СТЕЛИАН ФИЛИПЕСКУ, ВИОРИКА БУДЯНУ, ДАН ИРИМИЧЮК, ЗЛЕНА ЛУКА, КОРНЕЛ ПАРАСКИВ и ЛИЛИА ДИМИТРЮ, Исследования о переработке прята PES-SET в трикотажной промышленности (рум., рез. франц.) 75

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

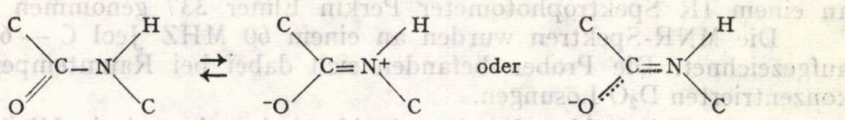
D. K. 547.96

DIE BESTÄNDIGKEIT DER PEPTIDBINDUNGEN IN SAUREN UND ALCALISCHEN MEDIEN

VON

GH. CHIRIŢĂ und A. BRIA

1. Vorwort. Die Peptidbindung hat für die Struktur der Eiweisskörper eine aussergewöhliche Bedeutung. Sie befindet sich zwischen zwei Grenzstinkturen — Mezomeren [1]



Die C—N Bindung hat einen ungefähr 40% während die C = 0 Bindung einen 60% Doppelbindungscharackter [2]. Diese annähernde Berechnung beruht sowohl auf der verkürzenten C—N Bindung bei von 1,32 Å im Vergleich zu 1,46 Å, die wir bei den aliphatischen Aminen vorfinden als auch auf der Verlängerung der C = 0 Bindung von 1,215 Å auf 1,24 Å [3]. Diese Tatsache verlangt aber eine ebenene Lagerung der Amidgruppe, die durch eine Resonanzenergie von ungefähr 30 kcal/mol stabilisiert wird [4]. Die Abweichungen von dieser ebenen Struktur waren das Thema einer Reihe von Untersuchungen die zur Schlussfolgerung führten, dass eine Distorsion stattfinden köhnte, die das Phenomen der Unebenheit der Peptidbindung charakterisieren dürfte. Die Unebenheit der Peptidbindung kann im Falle von Peptiden und Eiweisskörpern häufig auftreten [5] ... [7]. Dabei geht an N gebundenes H-Atom keine Bindungen mit freien Elektronenpaaren von entsprechenden Partnern aus Nebenketten der Aminosäuren wie z. B. — OH oder — NH_2 Gruppen, Wassermolekülen, Cl, Sauerstoffatome anderer Peptidbindungen ein. Dadurch vergrössert sich etwas die N—H Entfernung. Die Energie solcher Wechselwirkungen beträgt 3 ... 10 kcal/mol. Eine grosse Anzahl von Wasserstoffbindungen, die sich bei Peptidbindungen bilden, führen zu einer Steigerung der Strukturfestigkeit der Eiweissmoleküle.

Die Peptidbindung besitzt im sauren oder im alkalischen Medium eine gewisse Beständigkeit in Abhängigkeit von der Grösse der an $C\alpha_1$-Atomen der Peptide [8] befindlichen Substituenten, der Natur der Säure und Base, Konzentration, Temperatur und Behandlungsdauer, u.s.w.

Der Einfluss verschiedener Substituenten der $C\alpha_1$ Atome der Peptide auf die Beständigkeit der Peptidbindungen ist in der Fachliteratur bereits bekannt so dass von diesem Standpunkt aus der Organiker eine starke Peptidbindung von einer schwachen deutlich unterscheiden kann.

In der vorliegenden Arbeit wurde die Beständigkeit der Peptidbindung in Gegenward von Natriumhydroxidlösungen und Salzsäure, bei verschiedenen Konzentrationen und Kontaktdauer untersucht. Die Versuche wurden mit DL-Leucyn-Glycin-Dipeptid durchgeführt.

2. Arbeitsweise. Die Dipeptidproben, als wasserige Lösung von je 10 ml und einer Konzentration von 0,06 M, wurden bei einer Temperatur von 20°C mit 0,05 ; 0,1 ; 1,0 und 2,0 ml 10 N Natriumhydroxydlösung oder Salzsäurelösung, 1, 12, 24 und 48 Stunden, lang behandelt, wonach die Säure oder Base mit Natriumhydroxyd oder Salzsäure neutralisiert worden sind. Durch Zugabe von 0,05 ; 0,1 ; 1,0 und 2,0 ml 10 N NaOH, bzw. 10 N HCl Lösung zu jedesmal 10 M Leucyn-Glycin-Lösung ergeben Lösungen in NaOH oder HCl von jeweils : 0,04975, 0,09525 , 0,9090 und 1,6666 N. Die Peptidproben wurden durch Lyofilisierung getroknet und durch IR und NMR Spektroskopie analysiert.

Die IR-Spektren der tablettierten modifizierten Peptid — sind an einem IR Spektrophotometer Perkin Elmer 337 genommen worden.

Die MNR-Spektren wurden an einem 60 MHZ Jeol C — 60 Gerät aufgezeichnet. Die Proben befanden sich dabei bei Raumtemperatur in konzentrierten D_2O Lösungen.

Da die Dipeptide sekundäre Amide sind, weisen sie in IR-Spektren, die für diese Stoffklasse charakteristischen Banden auf [3],[9]. Miyazawa [10] beschreibt für die Polypeptide und Eiweisskörper mehrere charakteristische Banden, wie z. B. Amid *A*, Amid *B*, Amid *I*, *II*, *III*, *IV*, *V*, *VI*, *VII*. Von diesen lassen sich am allerleichtesten die Amidbanden *A*, *B*, *I*, *II*, *IV* und *VI* [10], [11] erkennen.

Diese spezifischen Banden absorbieren im Bereich von relativ kleinen Frequenzen. Die unwesentlichen Verschiebungen für diesen Bereich, sowie auch die Aufspaltungen der Banden in ihre Komponente können mit der Molekularstruktur der untersuchten Verbindungen in Zusammenhang gebracht [12].

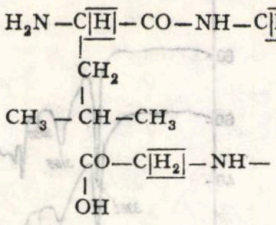
Tabelle 1

Benennung	Frequenz cm^{-1}	Zuordnung
Amid *A*	3 350...3 180	N—H Dehnung
Amid *B*	3 100...3 060	Harmonische N—H Deformation
Amid *I*	1 680...1 590	C = 0 Dehnung
Amid *II*	1 580...1 480	N—H Ebene Deformation + C—N Dehnung
Amid *III*	1 300...1 230	C—N Dehnung + N—H Ebene Deformation
Amid *V*	800... 600	Deformation ausserhalb der N—H Ebene

In Tabelle 1 werden die charakteristischen IR-Banden der Eiweisskörper wiedergegeben. Diese dienen zur Erklärung der stattfindenden Peptidgruppenveränderungen in Gegenwart von Säuren und Basen.

3. **Ergebnisse und Diskussionen**. a) *Mit Säure oder Base nichtbehandeltes Leucyn-Glycin*. Die NMR-Methode weist für Leucyn - Glycin Umwandlungen zwei empfindliche Signale auf (Abb. 1) :

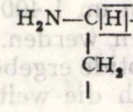
(1)



Die zwei Wasserstoffatome des Dipeptides sind unausgeglichen. Die Differenz ihrer chemischen Verschiebung beträgt 13,3 Hz, die Kopplungskonstante $J = 17{,}3$ Hz (aus dem Spektrum abgeleitet).

Während der Hydrolyse wird die Rotation um die C—N Bindung frei, so dass die zwei Protonen gleichweitig werden und nur ein Signal ergeben.

(2)



Die chemische Verschiebung dieses Protons im Dipeptid unterscheidet sich im Vergleich zu der im Hydrolysat. Die Hydrolyse bewirkt infolge der Spaltung das — CO—NH-Bindung eine Verschiebung zu höheren Feldern.

Aus dem Verhältnis der vom CH_2-Signal links (Dipeptid) und rechts (Hydrolysat) befindlichen CH-Signale kann, im Prinzip, der Umwandlungsgrad der Hydrolyse berechnet werden.

Die IR Spektren der mit Säure oder Base nicht behandelten DL—Leucyn-Glycin (Abb. 2) weisen, im 3 μ Bereich, die Amid-Banden *A* und *B* bei 3 357 cm^{-1} und 3 160 cm^{-1} auf, die sich leicht identifizieren lassen. Es erscheint eine schwache Schulter bei 2 980 cm^{-1}, die die Vibration der (CH)-Dehnung charakterisiert.

Im Bereich 6 μ sind ebenfalls leicht die Amidbanden *I* und *II* bei 1 662 cm^{-1} und 1 510 cm^{-1} erkenntlich. Im selben Spektralbereich sind auch die Banden der ionisierten Karboxylgruppen ersichtlich, u.z.w. $\nu_{as\,(COO^-)}$ bei 1 587 cm^{-1} und $\nu_{as\,(COO^-)}$ bei 1 436 cm^{-1}.

All diese Banden mit Ausnahme der von 3 050 cm^{-1}, sind sehr intensiv. Die *A*-Amidbande ist schmal während die *B*-Amidbande etwas breiter ist. Im 6μ Bereich überdecken sich, teilweise, die *I* und *II* Amidbanden, sowie auch die Banden der ionisierten Carboxylgruppe und um eine einheitliche Bande auszubilden die von den vier erwähnten Maxima bestimmt wird.

Die eingehende Untersuchung des Spektrums zeigt dass Fehlen anderer Absorbtionsbanden im 3 μ Bereich bei ungefähr 3 400 cm^{-1} und 3 520 cm^{-1}, was darauf hinweist, dass die NH_2-Gruppen nicht frei sind. Das Fehlen einer Absorbtionsbande bei ungefähr 1 700 cm^{-1} deutet an, dass die Carboxylgruppe ionisiert ist [13].

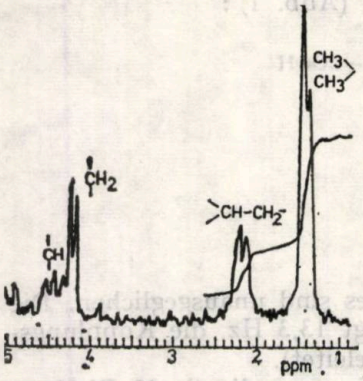


Abb. 1. — Das MNR-Spektrum der D. L. Leucyn-Glycin.

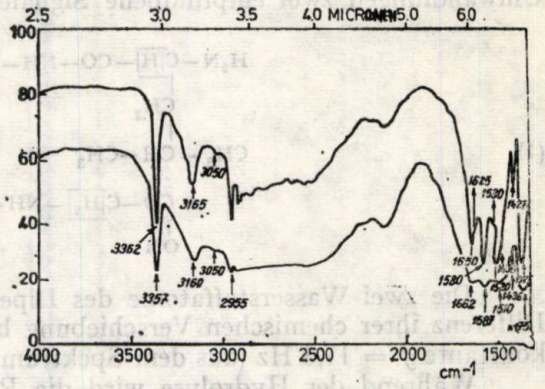


Abb. 2. — Das IR-Spektrum der D.L. Leucyn-Glycin.

Die übrigen Absorbtionsbanden im 1 400 ... 400 cm^{-1} Bereich müssen anderen Schwingungen zugeschrieben werden. Die meisten Informationen hinsichtlich des Verhaltens der Dipeptide ergeben sich aus den obengenanten Banden [3], [9] ... [15], so dass sich die weiteren Diskussionen auf diese beziehen werden.

L e n a s m a n t und Mitarbeiter [13] zeigen, dass das Wasser bei Polyglutamiksäure eine reversible Strukturumwandlung induziert, was zu einer Kristallisation von DL-Leucyn - Glycin in Wasser führt. Dabei ergibt sich, dass das Spektrum wie aus Abb. 2 ersichtlich, im 3 μ Bereich, fast unverändert bleibt und sich die 3 362 cm^{-1}, 3 165 cm^{-1} und 3 050 cm^{-1} Banden intensitätsgleich wiederfinnden. Im 3 000 ... 2 500 cm^{-1} Bereich des mit Wasser nicht behandelten Dipeptid-Spektrum erscheint eine breite Bande, die für die Amidsäure charakteristisch ist [9]. Das Spektrum der in Wasser kristalisierten Dipeptide weist eine gewisse Schwingungsstruktur auf.

Im 6 μ Bereich ergeben sich sichtliche Umwandlungen u.z.w. verschiebt sich die *I*-Amidbanden gegen 1 650 cm^{-1} wobei sie bei 1 625 cm^{-1} eine Schulter auf weist ; die *II*-Amidbande verschiebt sich gegen 1 520 cm^{-1} und hat mehrere Schultern bei 1 530 cm^{-1} und 1 495 cm^{-1}. Die $\nu_{as\ (COO^-)}$ Bande befindet sich bei 1 580 cm^{-1}, während die $\nu_{a\ (COO^-)}$ Bande sich bei 1 427 cm^{-1} an zutreffen ist.

Sichtliche Spektrumsänderungen erscheinen auch in den 10,5 μ und 11,5 μ Bereichen.

All diese Spektrumsänderungen können nicht anders als durch eine mögliche Nenordung der Struktur des mit Wasser behandeltes Dipeptid-kristalls erklärt werden. Wenn das Wasser im Kristall zurückbleiben würde, so müsste ein $\nu_{(OH)}$-Bande bei ungefähr 3 400 cm^{-1} erscheinen, was aber

nicht zu bemerken war. Dieses bedeutet entweder dass das Wassermolekül sehr fest gebunden ist und bei einer bei 3 357 cm^{-1} [11] mit der Frequenz $\nu_{(NH)}$-Bande zusammenfallenden ungewöhlichen Frequenz absorbiert, oder aber, dass das Strukturwasser während der Trocknung ausgeschieden wurde, was wahrscheinlicher ist. Sollte die schwache Bande von 3 050 cm^{-1} in beiden Spektren das Ergebnis einer cis Wasserstoffbrückenbildung sein [9], so weisen die besprochenen Intensitätsänderungen und Verschiebungen daraufhin, dass bei Wasserbehandlung Brücken aufgelöst worden sind. Diese Feststellung ist absolut normal und erklärbar.

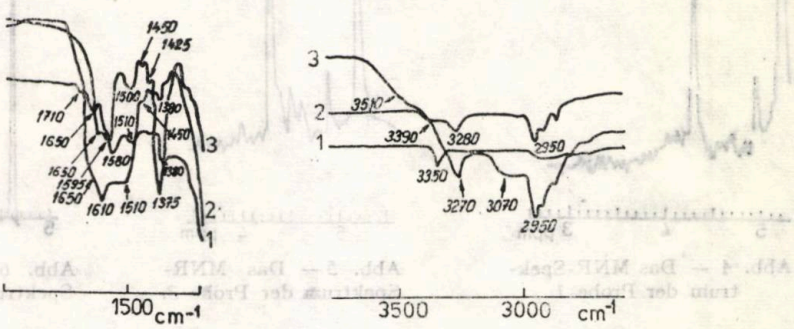


Abb. 3. — Die IR-Spektren der Proben *1*, *2* und *3* : *1* — die Probe *1* ; *2* — die Probe *2* ; — die Probe *3*.

b) *Mit NaOH behandeltes Leucyn-Glycin*. Das mit verschiedenen Natriumhydroxydmengen behandelte Dipeptid, weist sehr deutlich IR und MNR Spektrumsänderungen auf, wie aus Abb. 3 (Probe) IR und Abb. 1 MNR ersichtlich ist.

Das IR Spektrum der Probe *1* (Abb. 3) bei einer 48 stundigen Behandlung mit 2 ml NaOH ist sehr vereinfacht. Im 3 μ Bereich erscheint eine einzige schwache Bande bei 3 350 cm^{-1}, im 6 μ Bereich eine Schulte bei 1 710 cm^{-1}, was auf die Anwesenheit von nicht ionisierten Carboxylgruppen hinweist.

Die Hauptbande gemässigter Intensität befindet sich bei 1 580 cm^{-1}, mit einer breiten Schulter bei 1 650 cm^{-1}, während die zweite Bande als Intensität sich bei 1 510 cm^{-1} befindet. Diese Vereinfachung zeigt, dass die Dipeptidstruktur sich unter dem Einfluss des Natriumhydroxyds stark verändert hat.

Das MNR-Spektrum der selben *1* Probe bietet uns keine zusätzlichen Informationen. Die Ursache dafür könnte die grosse Wassermenge welche die Probe enthält sein, die gerade diese starken Strukturveränderungen des Dipeptide bewirken dürfte.

Für die Probe *2* (Abb. 3) die 48 stundenlang mit 1 ml NaOH behandelt wurde zeigt das IR-Spektrum im 3 μ Bereich eine Bande von geringer Intensität bei 3 280 cm^{-1}, mit einer breiten Schulter bei ungefähr 3 390 cm^{-1}. Im 6 μ Bereich ist die Lage folgende : es gibt eine Bande von mittlerer Intensität bei 1 650 cm^{-1}, es folgt eine sehr intensive Bande bei 1 595 cm^{-1} und schliesslich eine schwache breite Bande bei 1 500 cm^{-1}. Sehr schwach sichtbar ist die Bande von 1 450 cm^{-1}. Die Schulter bei 1 425 cm^{-1} deutet

auf eine allgemeine Verschiebung nach kleineren Wellenlängen hin. Der Abfall der Intensität der Absorbtionsbanden im 3μ Bereich sowie auch für die Amidbanden *I* und *II* und die Verschiebung zu kleineren Wellenlängen beweisen, dass sich die Peptidbindungen gespalten haben.

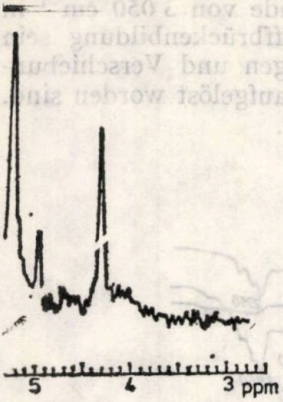


Abb. 4 — Das MNR-Spektrum der Probe *1*.

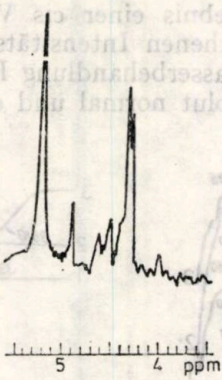


Abb. 5 — Das MNR-Spektrum der Probe *3*.

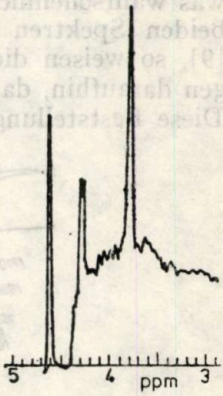


Abb. 6 — Das MNR Spektrum der Probe *4*

Das MNR-Spektrum der selben Probe *2* (Abb. 4) bestätigt, dass eine 55%-Umwandlung der Peptidgruppe stattgefunden hat. Diese Tatsache lässt uns schliessen, obwohl das MNR-Spektrum nicht kennzeichnend ist, dass in Probe *1* eine 100% Spaltung der Peptidbindungen stattgefunden hat, im Vergleich zum Umwaldungsgrad der *2* Probe. Dabei erinnern wir daran, dass die *1* Probe, im Vergleich zu der *2* Probe, eine doppelte Natriumhydroxydmenge enthalten hat. Für die Probe *3* (Abb. 3) die 48-stundenlang mit 0,01 ml NaOH behandelt werden ist, zeigt das IR-Spektrum im 3μ-Bereich eine breite, intensive Bande, bei 3 270 cm^{-1} und eine Schulter bei ungefähr 3 510 cm^{-1}. Wir finden einen Peak bei 3 070 cm^{-1} vor, von grösserer Intensität als die der Hauptabsorbtionsbande in diesem Bereich. Die Bande bei 3 270 cm^{-1}, entspricht der gebundenen NH-Gruppe, während die bei 3 510 cm^{-1} für freie NH_2-Gruppen kennzeichnent ist. Wenn die Schulter bei 3 070 cm^{-1} einer cis-Struktur entspricht, dann beweist die verstärkte Intensität dieser Bande, dass in diesem Fall eine grössere Anzahl von Wasserstoffverbindungen sich in dieser Konfiguration befinden.

Die Veränderungen die im IR-Spektrum der *3* Probe erscheinen, weisen darauf hin, dass in den mit Basen behandelten Dipeptiden Veränderungen durch Wasserstoffbrückenspaltung sowie Neuordnungen der Kristallstruktur, stattfinden, ohne dass eine Spaltung der Peptidbindungen erfolgt wäre. Diese Tatsache wird auch durch die Form des MNR-Spektrums (Abb. 5) bestätigt die darauf hinweist, dass das Dipeptid im Bezug auf die Aufspaltung der Peptidbindungen unverändert geblicher ist.

Die Spektren der *4* Probe (1,0 ml NaOH, 24 Stunden) sind in Abb. 4 wiedergegeben. Im 3μ Bereich erscheinen 2 Banden, von denen die eine schmal und von gerigen Intensität ist und sich bei 3 360 cm^{-1}, mit einer breiten Schulter bei 3 250 cm^{-1} befindet, während die zweite schwach ist und sich bei 3 162 cm^{-1} befindet. Im 6μ Bereich befindet sich eine verstärkte

Bande bei 1 590 cm^{-1} mit einer verstärkten Schulter bei 1 640 cm^{-1}. Ausserdem erweisen sich Banden geringerer Intensität bei 1 520 cm^{-1} und bei 1 645 cm^{-1}.

Wenn wir das IR-Spektrum der *4* Probe in dem sich beträchtliche Veränderungen vollzogen haben in Betracht ziehen, so können wir schliessen, dass sich wichtige Veränderungen in der Dipeptidstruktur vollzogen haben. Diese Tatsache wird auch vom MNR-Spektrum, dieser Probe (Abb. 6) bestättigt, das auf einen hohen Umwaldungsgrad, durch Hydrolyse hinweist.

Die IR und MNR-Spektren der *5* Probe (1,0 ml NaOH, 12 Stunden) sind in Abb. 7 dargestellt. Das IR-Spektrum weist im 3 μ Bereich eine breite Bande auf, die sich untergliedern lässt : ein Intensitäts maximum bei 3 550 cm^{-1} und bei 3 410 cm^{-1}, welches nach einigen Autoren [16], [17] das Vorhandensein von NH_2-Gruppen beweist. Die 3 410 cm^{-1}-Banden zeigt eine starke Schulter bei 3 480 cm^{-1}, eine schwache bei 3 220 cm^{-1} und kaum sichtbare bei 3 170 cm^{-1}. Im 6 μ Bereich erscheint die Amidbande *I* bei 1 650 cm^{-1} mit einem Hauptmaximum bei 1 615 cm^{-1} entsprechend der $\nu_{as(COO^-)}$ -Vibration.

Die sehr schwache Amidbande *II*, erscheint bei 1 550 cm^{-1}, wogegen die 1 490 cm^{-1}-Bande wahrscheinlich auf eine Verschiebung der $\nu_{as(COO^-)}$ Vibration zurückzuführen ist.

Die angezeigte Veränderungen des IR-Spektrums denten auf eine Spaltung der Peptidbindungen. Diese Tatsache wird aber nicht durch das MNR-Spektrum derselben Probe bestätigt. Die Veränderungen die im IR-Spektrum erscheinen sind auf das in Probe *5* enthaltenen Wasser zurückzuführen.

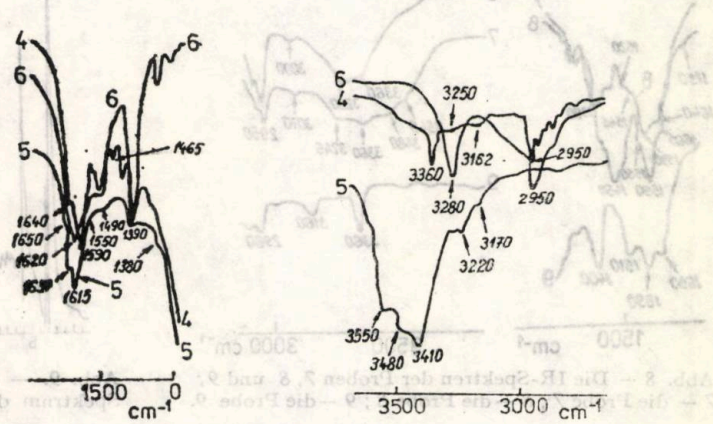


Abb. 7 — Die IR-Spektren der Probe *4*, *5* und *6* : *4* — die Probe *4* ; *5* — die Probe *5* ; *6* — die Probe 6.

Die entsprechenden Spektren der Probe *6* (1,0 ml NaOH, 1 Stunde) sind in Abb. 7 wiedergegeben. Das IR-Spektrum für die 3 μ und 6 μ Bereiche gleicht mit dem für Probe *3* erhaltenen. Dieses deutet auf dieselben Umwandlungen in beiden Proben. Die Tatsache das in Probe *6* keine Spaltung der Peptidbindungen stattgefunden hat wird auch durch das MNR-Spektrum bestättigt.

Die übrige Ergebnisse der IR und MNR-Untersuchungen der mit NaOH behandelten Leucyn-Glycin-Proben sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Tabelle 2

Alkalibeständigkeit der Peptidbindung im Leucyn-Glycin

Behandlungsdauer in Stunden	Konzentration der NaOH-Lösung			
	0,04975 *n*	0,09525 *n*	0,9090 *n*	1,6666 *n*
1	beständig	beständig	beständig	geschwächt
12	beständig	beständig	beständig	teilweise gespalten
24	beständig	beständig	teilweise gespalten	gespalten
48	beständig	beständig	gespalten	gespalten

c) *Mit Salzsäure behandeltes Leucyn-Glycin.* Eine Behandlung mit verschiedenen Salzsäuremengen und unterschiedlicher Zeitdauer verursacht bedeutende Veränderungen der IR und MNR-Spektren. Dabei muss berücksichtigt werden, dass im Falle einer Chlorhydrat Bildung [18] eine Verschiebung der Amidbande *I*, gegen höhere Wellenhängen, von Maximum 20 cm^{-1} erfolgt.

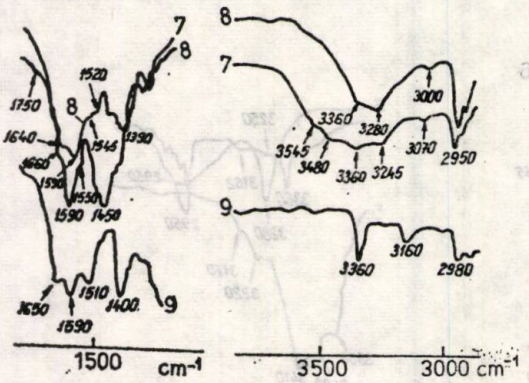


Abb. 8 — Die IR-Spektren der Proben *7*, *8* und *9*; *7* — die Probe *7* ; *8* — die Probe *8* ; *9* — die Probe *9*.

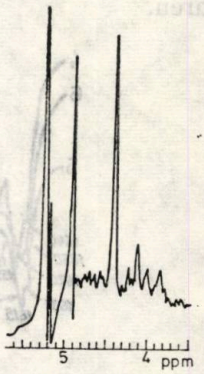


Abb. 9. — Das MNR-Spektrum der Probe *7*.

Die IR und MNR-Spektren der Probe 7 (mit 1 ml HCl behandelt 48 Stunden) sind in Abb. 8 (IR) und Abb. 9 (MNR) dargestellt.

Das IR-Spektrum zeigt im 3μ Bereich eine bereite Bande, mit einem Hauptmaximum bei 3 360 cm^{-1}. Dieses lässt sich durch die Dehnungsfrequenz der Oxyhdrilgruppen der Carboxylgruppierung $\nu_{(OH)}$ erklären. Diese Tatsache wird auch durch die Erscheinung der Absorbtionsbande bei 1 750 cm^{-1} bestättigt. Im 3 μ Bereich befindet sich eine Bande bei 3 070 cm^{-1}.

Im 6 μ Bereich erscheint schwach die Amidbande *I* bei 1 660 cm^{-1}, während die Amidbande *II* bei 1 550 cm^{-1} erscheint. Diese Tatsache, sowie auch die Absorbtionsbanden bei 1 590 cm^{-1} und 1 450 cm^{-1} deuten auf wichtige Veränderungen im Dipeptid. Einen zusätzlichen Beweis liefert auch das MNR-Spektrum der Probe 7, das auf eine 100% Spaltung der Peptidbindungen hindeutet.

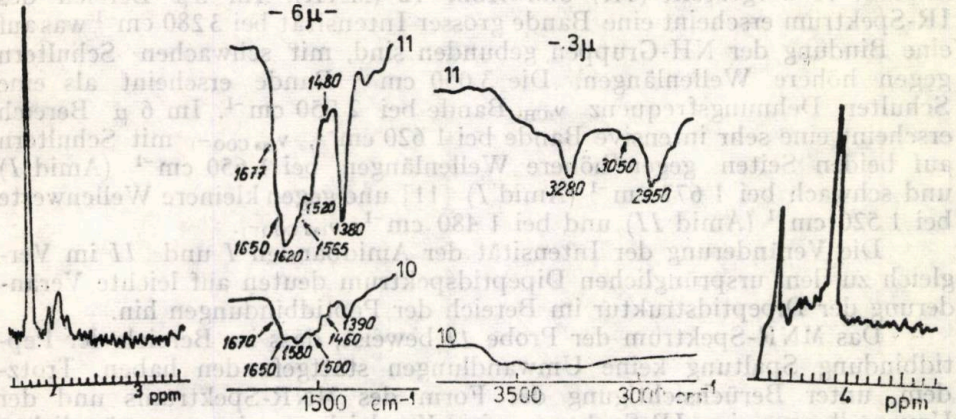


Abb. 10. — Das MNR Spektrum der Probe *8*.

Abb. 11. — Die IR-Spektren der Proben *10* und *11* ; *10* — die Probe *10* ; *11* — die Probe *11*.

Abb. 12. — Das MNR Spektrum der Probe *11*.

Die IR und MNR-Spektren der Probe 8 behandelt (mit 1 ml HCl, 48 St. lang) sind in Abb. 8 (IR) und Abb. 10 (MNR), dargestellt. Das IR-Spektrum zeigt im 3μ Bereich ein Absorbtionsmaximum bei 3 280 cm^{-1} ; die Bande bei 3 080 cm^{-1} weist keine Schulter für $\nu_{(OH)}$ bei 2 950 cm^{-1} auf. Im 6 μ Bereich ist das Hauptmaximum bei 1 590 cm^{-1} mit einer ausgeprägten Schulter bei 1 640 cm^{-1} (Amidbande *I*) und einer schwächeren bei 1 545 cm^{-1} (Amidbande *II*) was wieder auf wichtige Veränderungen der Struktur hindeutet. Das MNR-Spektrum bestätigt diese Tatsache und ergibt einen 100% Umwandlugsgrad, hervorgerufen durch eine Hydrolyse der Peptidbindungen.

Die IR und MNR-Spektren für die Probe *9* (behandelt mit 0,05 ml HCl, 48 St. lang) sind in Abb. 8 (IR) wiedergegeben. Das IR-Spektrum des 3 μ Bereich ist gleich dem ursprünglichem Dipeptidspektrum. Auch der 6 μ Bereich gleicht dem Spektrum der unbehandelten Probe. Dieses beweist dass im Dipeptid keine wichtige Veränderungen stattgefunden haben. Diese Tatsache wird auch durch das MNR-Spektrum derselben Probe bestättigt.

Die Spektren der Probe *10* (behandelt mit 0,1 ml HCl, 24 St. lang) sind in Abb. 11 (IR) dargestellt. Das IR-Spektrum im 3μ Bereich zeigt eine sehr breite Bande, die für Beurteilungen nicht mehr verwendet werden kann. Im 6μ Bereich befindet sich eine Bande mit einem Hauptmaximum bei 1 580 cm^{-1} mit je einer Schulter bei 1 670 cm^{-1} und 1 650 cm^{-1} (Amidbande *I*) gegen höhere Wellenlängen, gegen niederige Wellenlängen befinden sie sich bei 1 500 cm^{-1} (Amid *II*) und 1 460 cm^{-1}. Als allgemeines Bild

gleicht der 6 μ Bereich dem des ursprünglichen Dipeptidspektrums was auf eine Reorganisierung des Kristalls hindeuten könnte, ännlich dem des ursprünglichen Dipeptidkristalls. Diese Beobachtung wird auch durch das MNR-Spektrum der Probe *10* gestützt welches überhaupt keine Umwandlung bezüglich einer Peptidbindungsspaltung hindeutet.

Die Spektren für Probe *11* (behandelt mit 1 ml HCl, 1 St. lang) sind in Abb. 11 dargestellt (IR) und Abb. 12 (MNR). Im 3 μ Bereich des IR-Spektrum erscheint eine Bande grosser Intensität bei 3 280 cm^{-1} was auf eine Bindung der NH-Gruppen gebunden sind, mit schwachen Schultern gegen höhere Wellenlängen. Die 3 050 cm^{-1} Bande erscheint als eine Schulter Dehnungsfrequenz $\nu_{(CH)}$-Bande bei 2 950 cm^{-1}. Im 6 μ Bereich erscheint eine sehr intensive Bande bei 1 620 cm^{-1}, $\nu_{(as\,COO^-)}$ mit Schultern auf beiden Seiten gegen höhere Wellenlängen bei 1 650 cm^{-1} (Amid *I*) und schwach bei 1 677 cm^{-1} (Amid *I*) [11] und gegen kleinere Wellenwerte bei 1 520 cm^{-1} (Amid *II*) und bei 1 480 cm^{-1}, $\nu_{(as\,COO^-)}$.

Die Veränderung der Intensität der Amidbanden *I* und *II* im Vergleich zu dem ursprünglichen Dipeptidspektrum deuten auf leichte Veränderung der Dipeptidstruktur im Bereich der Peptidbindungen hin.

Das MNR-Spektrum der Probe *11* beweist, dass im Bereich der Peptidbindung Spaltung keine Umwandlungen stattgefunden haben. Trotzdem, unter Berüchsichtigung der Form des MNR-Spektrums und der Umwandlungen im IR-Spektrum, im Vergleich zu dem ursprünglichen Dipeptidspektrums kann auf Strukturumwandlungen des Dipeptids geschlossen werden, wobei die Dipeptidbindung geschwächt, aber nicht gespalten wird.

Die übrigen Ergebnisse der IR und MNR Analyse der mit Salzsäure behandelten Leucyn-Glycin-Proben sind in Tabelle 3 angeführt.

Tabelle 3

Säurebeständigkeit der Peptidbindung im Leucyn-Glycin

Behandlungsdauer in Stunden	Konzentration der HCl-Lösung			
	0,04975 *n*	0,09525 *n*	0,9090 *n*	1,6666 *n*
1	beständig	beständig	geschwächt	teilweise-gespalten
12	beständig	beständig	teilweise-gespalten	gespalten
24	beständig	beständig	gespalten	gespalten
48	beständig	gespalten	gespalten	gespalten

Abschliessend möchten wir erwähnen, dass der Spektralbereich 1 400—400 cm^{-1} für vorliegende Untersuchung nicht von Bedeutung ist, da in diesem Bereich die intensiven Absorbtionen des SO_4^{-2} Ions als $\nu_{as(SO_4^-)}$ bei ungefähr 995 cm^{-1} und $\nu_{as(SO_4^{-2})}$ zwischen 700 ... 600 cm^{-1} erscheinen.

4. Schlussfolgerungen. Die Peptidbindung des Dipeptids Leucyn-Glycin und mit geringern Unterschied auch andere Peptidbindungen in Polypeptidketten weisen eine gute Beständigkeit gegen starke Säuren und Basen auf.

Die Säurebeständigkeit ist dabei schwächer als die Alkalibeständigkeit.

In den Tabellen 2 und 3 sind die Konzentrationsbereiche und Zeitdauern angeführt, während denen die Peptidbindung in Leucyn-Glycin unter Säure oder Alkalieinfluss nicht aufgespalten wird.

Eingegangen am 28. Oktober 1980

Technische Hochschule, Jassy,
Lehrstuhl von chemische
Technologie der Textilprodukten

LITERATURVERZEICHNIS

1. Corey R. B., Pauling L., Proc. Roy. Soc. (London), **B 141**, 10 (1953).
2. Staab H. A., *Einführung in die Theoretische und organische Chemie*. Verlag Chemie, Weinheim/Bergstr., 1960.
3. Rao C.N.R., *Chemical Applications of Infrared Spectroscopy*. Academic Press, New York, 1963.
4. Blout E. R., Bovei P. A., Goodman M., Lotan N., *Peptides, Polipeptides and Proteines*. John Willey and Sons, New York—London—Sydney—Toronto, 1974.
5. Winkler F. K., Dunitz J. D., J. Mol. Biol., 59, 169 (1971).
6. Ramachandran G. N., Lakshminarayanan, Kolaskar A. S., Biochim. Biophys. Acta., **303**, 8 (1973).
7. Ramachandran G. N., Kolaskar A. S., Biochim. Biophys. Acta, **303**, 385 (1973).
8. Fasol H., *Die Struktur der Proteine. Chemische Taschenbucher*. Verlag Chemie, Frankfurt am Main, 1962.
9. Беллами Л., *Инфракрасные спектры молекул*. И.И.Л., Москва, 1957.
10. Miyazawa T., *Poliaminoacids, Polipeptides and Proteines* (M. A. Stahman editor), University of Wisconsin Press, Madison, Wisconsin, 1962.
11. Sussi H., Ard J. S., Carroll R.J., J.A.L.C.A., **11**, 508 (1971).
12. Krimm S., J. Mol. Biol., 4, 528 (1962).
13 Lenasmant H., Bandras E. R., J. Amer. Chem. Soc., **80**, 6191 (1958).
14. Zbinen R., *Infrared Spectroscopy of High Polimers*. Academic Press, New York, 1969.
15. Miyazawa T., Blout E. R., J. Amer. Chem. Soc., 83, 712 (1961).
16. Thompson H. W., Nicholson D. L., Shart L. N., Discurs Faraday Soc., 9, 222, 1950.
17. Blout E. R., Linsley S.G., J. Amer. Chem. Soc., 74, 1946 (1952).
18. Rosemberg A., Acta Chem. Scand., **11**, 1390 (1957).

REZISTENȚA LEGĂTURII PEPTIDICE ÎN MEDIU ACID ȘI ALCALIN

(Rezumat)

În mediu acid sau alcalin, colagenul și în general proteinele suferă un proces de hidroliză prin scindarea lanțurilor polipeptidice, la legătura peptidică, ajungîndu-se la aminoacizi.

În lucrarea de față se studiază rezistența legăturii peptidice din dipeptida DL-leucinglicină în prezența unor soluții de acid clorhidric și de hidroxid de sodiu de diferite concentrații și la durate variate de contact.

Ruperea legăturii peptidice a fost evidențiată pe calea spectroscopiei în IR și RMN.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

C.Z. 678.664

INTERACŢIUNEA POLIURETANILOR CU IONII METALELOR ALCALINE ŞI ALCALINO-PĂMÎNTOASE

II. STABILITATEA ÎN MEDIU APOS ŞI ACŢIUNEA EFECTULUI CALORIC ASUPRA POLIURETANILOR CARE CONŢIN IONI DE SODIU, POTASIU, MAGNEZIU ŞI CALCIU

DE

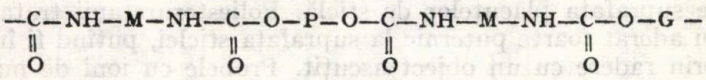
I. ROŞCA, MIRCEA PALAMARU, C. CIOBANU, ELENA ŞTEFANCU
şi VIOLETA ROTARU

1. Introducere. Într-o lucrare anterioară [1], autorii au prezentat un studiu al interacţiunilor poliuretanilor cu ionii de sodiu, potasiu, magneziu şi calciu, propunîndu-şi în continuare să studieze unele proprietăţi şi structura noilor compuşi care conţin ionii metalelor respective.

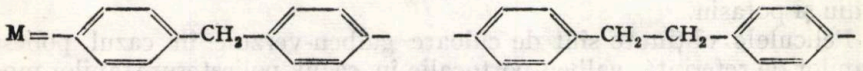
În această lucrare se prezintă studiul privind stabilitatea în mediu apos şi acţiunea efectului caloric asupra poliuretanilor care conţin ioni de sodiu, potasiu, magneziu şi calciu.

Acest studiu prezintă o importanţă practică deosebită, deoarece scoate în evidenţă unele din cele mai importante proprietăţi ale poliuretanilor interacţionaţi cu ionii de sodiu, potasiu, magneziu şi calciu: stabilitatea în mediu apos şi acţiunea efectului caloric. Datele experimentale obţinute de autori, cît şi interpretarea rezultatelor, sînt corelate cu recentele referiri din literatura de specialitate [2] ... [5].

2. Reactivi utilizaţi. În studiul de faţă au fost utilizaţi doi poliesteruretani pe bază de diizocianat de difenil metan şi respectiv dibenzildiizocianat, cu următoarea formulă generală:

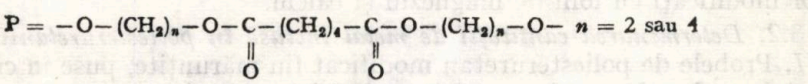


unde



a *b*

G = $-(CH_2)-$ $n = 2$ sau 4



Pentru poliesteruretanul *I* M = *a*, în G $n = 4$, în P $n = 2$.
Pentru poliesteruretanul *II* M = *b*, în G $n = 2$, în P $n = 4$.

Poliuretanii au un conţinut de 2,2...2,4 · 10^{-3} moli grupări uretanice într-un gram de polimer.

Dimetilformamida utilizată este purificată prin metodele cunoscute, prezentînd următorul buletin de analiză: 500 ppm apă, urme de acid formic şi urme de dimetil amină. Clorurile de sodiu, potasiu, magneziu şi calciu sînt de puritate analitică.

3. Stabilitatea în mediu apos a poliesteruretanilor care conţin ioni de sodiu, potasiu, magneziu şi calciu. 3.1. *Obţinerea poliesteruretanilor modificaţi.* La o soluţie de poliuretan în dimetilformamidă, cu un conţinut de 1 molar în grupări uretanice se adaugă o soluţie de sare în dimetil formamidă de aceeaşi concentraţie, cu picătura la temperatura camerei, pînă la scoaterea din soluţie a produsului obţinut în urma interacţiei polimer-cation. Rezultatele obţinute în urma acestor experimentări sînt rezumate în tabelul 1.

Tabelul 1

Nr. crt.	4,48 g polimer în 10 ml DMF	Sarea	ml. sol. sare în DMF	Observaţii
1	10 ml	NaCl	30 ml	nu separă produsul
2	10 ml	KCl	30 ml	nu separă produsul
3	10 ml	$MgCl_2$	8 ml	separă produsul
4	10 ml	$CaCl_2$	22 ml	separă produsul

Produsele obţinute, după îndepărtarea solventului pînă la faza obţinerii unei soluţii suficient de vîscoase, sînt întinse pe plăcuţe de sticlă cu feţe plan paralele. Plăcuţele sînt introduse în etuvă şi sînt menţinute la temperatura de 115°C timp de 24 de ore. După aceasta pentru a fi aduse la pondere constantă sînt introduse într-o etuvă de vid şi sînt menţinute la temperatura de 50°C timp de 48 de ore pentru îndepărtarea urmelor de solvent şi pentru uscare. După uscare, peliculele de poliuretan obţinute astfel au fost îndepărtate de pe plăcuţe. O parte din ele au fost fin mărunţite pentru a li se studia comportarea la imersie în apă, iar altă parte sub formă de film a fost utilizată pentru a se observa modificările care se petrec în aspectul şi structura lor cu temperatura. Poliesteruretanii nemodificaţi au putut fi îndepărtaţi uşor de pe suprafaţa plăcuţelor de sticlă. Poliesteruretanii trataţi cu ioni metalici au aderat foarte puternic la suprafaţa sticlei, putînd fi îndepărtaţi mecanic prin radere cu un obiect ascuţit. Probele cu ioni de magneziu şi calciu prezintă o transparenţă ridicată în raport cu cele tratate cu ioni de sodiu şi potasiu.

Peliculele obţinute sînt de culoare galben-verzuie în cazul poliesteruretanilor de referinţă, galben-portocalie în cazul poliesteruretanilor modificaţi cu ioni de sodiu şi potasiu şi portocaliu intens în cazul poliesteruretanilor modificaţi cu ioni de magneziu şi calciu.

3.2. *Determinarea cantităţii de metal inclusă în poliesteruretanii de tip I şi II.* Probele de poliesteruretan modificat fin mărunţite, puse în creuzete de porţelan aduse la pond constant, au fost introduse într-un cuptor cu bare de silită. Încălzirea a fost condusă treptat pînă la 750°C.

După calcinare probele au fost solubilizate în apă distilată cu conductibilitatea specifică de 0,012 mS și apoi aduse la flacon cotat. Cantitatea de sare din aceste soluții a fost determinată prin analiză conductometrică și flam-fotometrică.

Pentru determinarea conductibilității specifice a soluțiilor, a fost utilizat un conductometru tip OK-102 Budapesta. Celula conductometrului a fost termostatată la 25°C pentru a elimina variația conductibilității cu temperatura. Trecerea de la conductibilitățile specifice la cele echivalente s-a făcut cu formula

$$\Lambda = 1\,000\,\frac{\varkappa}{c}, \tag{1}$$

în care: $\varkappa$—conductibilitatea specifică a soluției în $ohm^{-1}\,cm^{-1}$; c— concentrația în sare în echivalenți gram/litru.

Conductibilitatea echivalentă a unui electrolit binar la diluție infinită, este dată de

$$\Lambda = \lambda_0^+ + \lambda_0^- , \tag{2}$$

unde λ_0^+ — conductibilitatea echivalentă a cationului din soluție, λ_0^-— conductibilitatea echivalentă a anionului din soluție.

Ținînd cont de aceste relații, determinarea conținutului de sare din soluție se poate face cu formula

$$c = \frac{1\,000\,\varkappa}{\lambda_0^+ + \lambda_0^-} . \tag{3}$$

Conductibilitățile echivalente au fost obținute din tabele pentru temperatura de lucru [6] ... [8].

Măsurătorile flamfotometrice au fost efectuate la un aparat tip Carl Zeiss Jena. Pentru a se lucra cu erori cît mai mici a fost utilizată metoda soluțiilor etalon, care constă în introducerea consecutivă a soluției de analizat și a soluției etalon în flacăra arzătorului. Magneziul nu a putut fi determinat prin această metodă, din cauză că aparatul nu este prevăzut cu filtrul de absorbție respectiv. Rezultatele obținute sînt rezumate comparativ în tabelul 2. Analizînd aceste rezultate se poate remarca o bună concordanță între determinările făcute prin cele două metode.

Tabelul 2

Nr. crt.	Cationul	Polimer tip *I* sau *II*	Conductibilitate specifică	Concentrația		
				conductometric		flamfotometric g/1 000
				echiv.	g/1 000	
1	Na^+	*I*	2,66 mS	0,0209	1,2216	1,1012
		II	18,00 mS	0,1432	8,3174	7,5189
2	K^+	*I*	0,03 mS	$0,2207 \cdot 10^{-3}$	0,0164	0,0199
		II	7,70 mS	0,0514	3,8267	4,1242
3	Mg^{2+}	*I*	16,20 mS	0,0787	3,7246	—
		II	27,30 mS	0,1326	6,3032	—
4	Ca^{2+}	*I*	11,30 mS	0,0532	2,9526	3,0451
		II	17,00 mS	0,0801	4,4452	4,5000

3.3. *Comportarea la imersie în apă a poliesteruretanilor modificaţi cu ioni de sodiu, potasiu, magneziu şi calciu.* Probele fin mărunţite au fost puse în flacoane de sticlă cu şlif în care s-au adăugat 25 ml de apă distilată. Flacoanele au fost încălzite la reflux. Timpul de imersie în apă a fost de 2, 4 şi 8 ore. Cantităţile luate în lucru şi rezultatele obţinute sînt rezumate în tabelul 3.

Tabelul 3

Ionul	Timp de hidroliză ore	Cantitate de apă ml	Temperatura de lucru °C	Conductibilitate specifică	Concentraţia soluţiei	
					echiv. g/1 000	g/1 000
Na^+	2	25	110	1,30	0,0102	1,5353
	4	25	110	1,35	0,0106	1,5943
	8	25	110	5,80	0,1103	4,1350
K^+	2	25	110	1,05	0,0072	0,7323
	4	25	110	10,70	0,0740	1,8760
	8	25	110	14,00	0,0965	2,4132
Mg^{2+}	2	25	110	1,33	0,0064	0,3040
	4	25	110	1,48	0,0071	0,3384
	8	25	110	7,70	0,0370	1,7500
Ca^{2+}	2	25	110	0,70	0,0035	0,2837
	4	25	110	1,25	0,0061	0,5050
	8	25	110	3,70	0,0182	1,4950

Schimbul ionic cu apa în sistemul poliuretan care conţine cation metalic—apă a fost urmărit prin analiză conductometrică. Tehnica de lucru este identică ca la determinarea cantităţii de metal inclusă în poliuretan.

După răcirea soluţiilor la 25°±0,2°C a fost determinată conductibilitatea specifică. Dispersia de poliuretan nemodificat în apă prezintă conductibilitatea specifică a apei distilate. După opt ore de imersie în apă la temperatura de reflux, conductibilitatea specifică a probei martor creşte cu 0,045 mS.

Trecerea ionilor în soluţie, în funcţie de timpul de imersie al probelor în apă, la reflux, este reprezentată în fig. 1. În ordonată este trecută cantitatea totală de sare din soluţia respectivă (electrolit binar) iar în abscisă timpul de imersie.

Probele imersate în apă timp de opt ore, au fost separate din soluţie prin filtrare şi au fost uscate la etuvă timp de 10 ore la 80°C. Pentru a se îndepărta urmele de apă şi a fi aduse la pondere constantă, au fost uscate la etuva de vid timp de 48 de ore la 50° C. Probelor astfel tratate li s-a determinat conţinutul de metal prin metoda descrisă în paragraful 3.2. Rezultatele obţinute sînt prezentate în tabelul 4.

Se observă că poliesteruretanul modificat cu ioni de sodiu, după imersia în apă nu mai conţine aceşti ioni sau conţinutul se situează sub sensibilitatea metodelor de analiză utilizate.

Analizînd rezultatele trecute în tabelele 3 şi 4 şi în fig. 1 se observă o comportare mai deosebită la poliesteruretanul modificat cu ioni de potasiu,

fapt confirmat și de studiul transformărilor pe care le suferă proba respectivă cu temperatura, corelate cu spectrul de absorbție în infraroșu. Celelalte trei probe au o comportare asemănătoare.

Tabelul 4

Nr. crt.	Ionul	Concentrația în echiv. g./1 000
1	Na^+	$0{,}0245 \cdot 10^{-3}$ n
2	K^+	$0{,}1000 \cdot 10^{-3}$ n
3	Ca^{2+}	$0{,}1427 \cdot 10^{-3}$ n
4	Mg^{2+}	$0{,}1628 \cdot 10^{-3}$ n

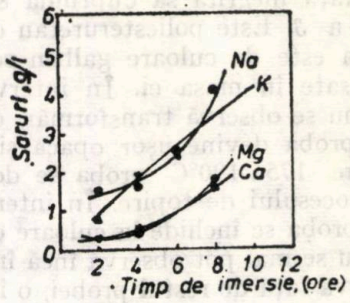


Fig. 1

În concluzie se pot face următoarele precizări :

a) prin imersie în apă se modifică proprietățile poliuretanului de referință și a tuturor probelor tratate cu ioni de sodiu, potasiu, magneziu și calciu ;

b) soluția de poliuretan de referință în apă, după opt ore de imersie, prezintă o conductibilitate specifică aproximativă de trei ori mai mare comparativ cu apa distilată utilizată ;

c) soluțiile poliesteruretanilor modificați cu ioni metalici, după opt ore de imersie în apă, pun în libertate ioni care conduc la un conținut total de sare în sistemul binar respectiv de ordinul gramelor la litru ;

d) numai poliesteruretanii modificați cu ioni de sodiu și potasiu au cedat integral ionii respectivi în mediul de imersie, sub acțiunea simultană a apei și a efectului caloric.

4. Comportarea la încălzire a poliuretanilor modificați cu ioni de sodiu, potasiu, magneziu și calciu. Pentru studiul comportării cu temperatura a poliesteruretanilor de tip *I* și *II* și a poliesteruretanilor modificați cu ioni de sodiu, potasiu, magneziu și calciu, a fost utilizat un microscop de cercetare tip Boetius cu plită de încălzire, aparat care permite reglarea temperaturii între 25...350°C. Au fost urmărite în timp modificările cu temperatura ale probelor studiate. Probele au fost încălzite cu 4°C pe minut, transformările cromatice observate fiind fotografiate cu un aparat fotografic PRACTICA L.T.L. - 3 prevăzut cu măsurare interioară a luminii.

P r o b a *1*. Este poliesteruretan de tip *I*. Filmul apare sub ocularul microscopului de culoare galben-verzui, transparent. Prin încălzire pînă la 160°C, nu se pot observa transformări esențiale în aspectul polimerului. Între 165...195°C proba se înmoaie și se întinde sub forma unei pelicule foarte subțiri pe lamela microscopului, transformare specifică intervalului de înmuiere. Între 195...220°C, proba se deschide la culoare. La 240°C culoarea devine verde-cenușiu închis, ca la 270°C procesul să se accentueze, zonele închise la culoare acoperind suprafața cea mai mare a imaginii.

P r o b a *2*. Este poliesteruretan de tip *II*. Filmul este de culoare galben-verzuie ușor opac. În intervalul de temperaturi cuprinse între 25... 155°C nu se observă modificări cromatice în aspectul probei. După

180°C culoarea trece de la galben-verde închis spre portocaliu și se deschide spre această nuanță treptat pînă la 230...235°C cînd începe topirea poliesteruretanului. După 270°C pe suprafața probei se observă niște porțiuni înnegrite, care indică zone de degradare mai accentuată a probei, ca la 300°C suprafața înegrită să cuprindă 80% din suprafața probei.

P r o b a *3*. Este poliesteruretan de tip *I* modificat cu ioni de sodiu. Inițial proba este de culoare galben-portocalie cu cristale de clorură de sodiu dispersate în masa ei. În intervalul de temperaturi cuprins între 100...150°C nu se observă transformări cromatice în aspectul probei. Între 150...175°C proba devine ușor opacă și se observă o degajare de produși volatili. Între 175...190°C proba se deschide la culoare fapt ce indică începerea procesului de topire. În intervalul de temperaturi cuprins între 190...240°C proba se închide la culoare devenind maronie. Cristalele de clorură de sodiu se mai pot observa încă în masa probei. În jurul acestor cristale se observă față de restul probei, o închidere la culoare mai accentuată, spre negru, ceea ce indică că în acele zone există centre de degradare.

P r o b a *4*. Este poliesteruretan de tip *I* modificat cu ioni de potasiu. Proba inițială este de culoare galben-portocalie cu cristale de clorură de potasiu dispersate în masa ei. Comportarea la încălzire este asemănătoare cu a probei modificată cu ioni de sodiu. Pînă la 175°C se pot observa numai centrele de degradare mai pronunțate în jurul cristalelor. În intervalul de temperaturi cuprins între 140°...175°C proba se deschide la culoare, fază care indică declanșarea procesului de topire. În această fază se mai observă o degajare de produși volatili, asemănătoare cu a probei anterioare. Pînă la 220°C imaginea se estompează, cristalele de clorură de potasiu putînd fi observate totuși destul de clar. La 235°C proba se închide puternic la culoare indicînd declanșarea proceselor de degradare. În cazul acestei probe se observă un interesant proces de creștere a cristalelor de clorură de potasiu dispersate cu creșterea temperaturii.

P r o b a *5*. Este poliesteruretan de tip *I* modificat cu ioni de magneziu. Proba este transparentă de culoare portocalie. Nu se observă cristale de sare dispersate în masa ei, fapt ce duce la concluzia că magneziul este legat chimic cu grupările funcționale ale poliesteruretanului. În intervalul de temperaturi cuprins între 25...100°C nu se observă modificări cromatice în aspectul probei. Între 100...170°C proba devine de culoare portocaliu închis. La 175°C imaginea se estompează concomitent cu pierdeea unor produși volatili. În intervalul de temperaturi cuprins între 175...250°C se observă modificarea culorii probei de la maro la verde închis. Peste această temperatură imaginea devine prea densă și nu se mai pot observa transformări cromatice sub ocularul microscopului.

P r o b a *6*. Este poliesteruretan de tip *I* modificat cu ioni de calciu. Inițial proba este de culoare portocalie. Nu se observă cristale de clorură de calciu dispersate în masa probei, de unde putem trage concluzia că și ionii de calciu sînt legați chimic de grupările funcționale ale poliesteruretanului, sau are loc o dispersie foarte fină care nu poate fi pusă în evidență cu microscopul utilizat. Comportarea la încălzire este asemănătoare cu a probei anterioare. Pînă la 170...175°C nu se observă transformări cromatice esențiale în aspectul probei. La 175°C se observă ca și în cazurile anterioare o degajare de produși volatili. După această temperatură culoarea probei

se închide spre maro și apoi spre verde închis. Peste 250°C se observă apariția unor zone întunecate, care indică declanșarea proceselor de descompunere.

Probele de poliesteruretan de tip *II* modificate cu ioni de sodiu, potasiu, magneziu și calciu suferă cu temperatura modificări asemănătoare cu probele de poliesteruretan de tip *I* modificat cu aceiași ioni, descrișii în acest paragraf.

Deoarece proba martor, supusă efectului caloric își modifică culoarea, trecînd în galben-verzui, corespunzător unui domeniu de absorbție de 570...590 cm^{-1}, iar probele de poliuretani interacționați cu ioni de sodiu, potasiu, magneziu și calciu capătă culori diferite în aceleași condiții, rezultă că atît efectul caloric cît și acest efect simultan cu prezența ionilor respectivi produc modificări structurale profunde în poliuretani.

Ținînd seama de faptul că ionii de sodiu, potasiu, magneziu și calciu nu sînt colorați, rezultă că modificările cromatice se datoresc modificării unor grupări funcționale care devin cromofore.

Dacă grupările cromofore care apar sub acțiunea efectului caloric nu ar fi interacționate cu ionii de sodiu, potasiu, magneziu și calciu toate probele ar trebui să fie la fel colorate ca proba martor, în galben-verzui.

Primită la 13 martie 1980

Institutul politehnic, Iași,
Catedra de chimie anorganică

BIBLIOGRAFIE

1. Roșca I., Palamaru M., Ciobanu C., Bul. Inst. polit. Iași (sub tipar).
2. Hughes M. N., *The Inorganic Chemistry of Biological Processes.* John Wiley and Sons, Ltd., London, 1975.
3. Schwyzer, R., Aung Tun-Kyi, Cariezel M., Moser P., Helv. Chim. Acta, 15, 53 (1970).
4. Omar Farovg, Nasser Ahmed, Acta. Chim. Acad. Sci. Hung., 85, 395 (1975).
5. Birnbaum E. R., Gomez J. E., Darnall D. W., J. Amer. Chem. Soc., 92, 461 (1970).
6. Dobos D., *Electrochemical Data.* Akademiai Kiado, Budapest, 1979.
7. Kekedy L., *Analiză fizico-chimică.* Ed. did. și ped., Buc., 1969.
8. Macarovici C., *Analiză chimică cantitativă anorganică.* Ed. Acad. R.S.R., Buc., 1979.

INTERACTION OF POLYURETHANES WITH IONS OF ALKALINE AND ALKALINE EARTH METALS

II. Stability in the Aqueous Medium and Action of Caloric Effect on Polyurethanes Containing Na^+, K^+, Mg^{2+} and Ca^{2+} Ions

(Summary)

The study presents a great practical use emphasizing some of the most important properties of the modified polyuretanes. Interpretation of the experimental data are correlated with actual rewiews from the literature.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

D.C. 547.466

THE STUDY OF INFRARED SPECTRUM OF L-α-ALANINE

BY

V. MACOVEI and SAVEL IFRIM

1. Introduction. The interpretation of the infrared spectrum of DL-alanine is known in the literature, on the basis of the treatment in normal coordinates [1], [2] comparing the spectrum with that of N-deuterated alanine [1], [2] as well as with that of C-deuterated alanine [3]. But all these works [1] ... [4] are limited only to the spectral range between 1 600...650 $^{-1}$. More complete assignements of the observed bands in the D, L-alanine spectrum are found in the work of J a c k o w i t z et al. [5]. Concerning the assignements of the bands in the infrared spectrum of L-α-alanine, they are sporadically, in a few works, [4], [6] and in very restricted spectral ranges. Taking into account the fact that on the basis of infrared spectrum it may be interpreted the structure and the behaviour of the L-α-alanine, aminoacid particularly important in point of the biochemical aspect, a spectral study in the infrared and in special conditions is carried out.

2. Experimental. The infrared spectra of the solid state of the normal and N-deuterated L-α-alanine were obtained. Because the humidity strongly influences the infrared spectra of the aminoacids [7], the samples were prepared in a dryving box, provided with P_2O_5, and by which dry nitrogen was passed, at 25°C. The samples and the auxiliary materials were kept in these conditions for 48 hours. The preparation for the spectral recording was carried out in the same boxe.

The L-α-alanine B.D.H. (England) was used, without further purification, and to obtain the N-deuterated form the izotopic change out by dissolution in D_2O (99,78 mol %).

The spectra were obtaind in the KBr press technique (2 mg substance to 2 000 mg KBr) as well as in nujol suspension. The recordings were carried out with two spectrophotometers, a Perkin-Elmer 337, and a SPECORD 71.IR.

3. Results and Discussion. The interpretation of the spectral bands of the aminoacids is based on their zvitter — ions structure, in solid state, proved by the absence of the absorbtion band at ~1 700 cm^{-1} of the unionized —COOH group [7] ... [11]. According to the theory, the main group vibrations [7], [12] of the molecule $CH_3—\underset{\displaystyle NH_3^+}{\overset{\displaystyle |}{CH}}—COO^-$ are : 9 vibra-

Table 1

The IR absorptions (cm^{-1}) of the normal and N-deuterated L-α-alanine

$CH_3CH(NH_3)^+COO^-$		$CH_3CH(ND_3^+)COO^-$	
Frequencies	Assignments	Frequencies	Assignments
3083 f.i., l. 2983 f.i.	$\nu_{as.CH_3}$	3085 um. 2985 i.	$\nu_{as.CH_3}$
2927 f.s.		2956 nm. 2935 um.	$\nu_{s.CH_3}$
2810 f.s. 2768 f.s. 2722 f.s.	$\nu_{NH_3^+}$ $(+\nu_2\ ?)$ $\nu_{s.CH_3}$ ν_3	2870 m.	
2617 um. 2590 i. 2502 s. 2465 um.	NH ... 0, ν_4	2295 um. 2260 i, ? 2205 um.	ν'_1 $\nu_{ND_3^+}$ ν'_2 ν'_3
2293 s.		2090 f.s.	ν'_5 NH ··· 0 ν'_4
2247 s. 2110 i.	NH ... 0, ν_5	? 1995 f.s.	? ν'_5
2030 s. 1938 f.s. 1892 f.s. 1840 f.s. 1657 f.i. um.		1600 f.i.	$\nu_{as.CO_2^-}$
1620 f.i.	$\delta_{as.NH_3^+}$, ν_6	1450 m. 1410 i.	$\delta_{as.CH}$
1585 f.i.	$\nu_{as.CO_2^-}$	1370 m. 1345 f.i. 1323 um. 1313 um.	$\nu_{s.CO_2^-}$ $\delta_{s.CH_3}$
1510 m.	$\nu_{as.NH_3^+}$ ν_7		
1455 i.	$\delta_{as.CH_3}$	1296 i. 1286 um. 1276 um.	δ_{CH}
1415 i.	$\nu_{s.CO_2^-}$	1183 i.	
1360 i.	$\delta_{s.CH_3}$	1173 um. ? 1150 f.s.	$\delta_{as.ND_3^+}$ ν'_6
1305 i.	δ_{CH}	1103 i.	$\rho_{CH_3}+\nu_{as.CCN}$
1236 i.	ρ_{NH_3} ν_8	1056 m.	$\delta_{s.ND_3^+}$ ν'_7
1152 i. 1113 j.i.	$\rho_{CH_3}+\nu_{as.CCN}$	925 um. 918 f.i. 908 um.	$\nu_{CCN}+\nu_{CC}$
1014 f.i. 920 i.	$\nu_{CCN}+\nu_{CC}$	900 f.s. 883 s.	
850 f.i.	$\nu_{sim.CCN}+\nu_{CC}$	862 m.	ρND_3^+ ν'_8
774 i.	δCO_2^-	823 i.	$\nu_{CCN}+CC$
651 f.i.	$\omega_{CO_2^-}$	770 i.	$\delta_{CO_2^-}$
538 f.i.	ρCO_2^-	620 f.i.	$\omega_{CO_2^-}$
488 m.	$\tau_{NH_3^+}$ ν_9	571 f.i.	$\rho_{CO_2^-}$
410 f.i.	$\delta_{as.CCN}$		

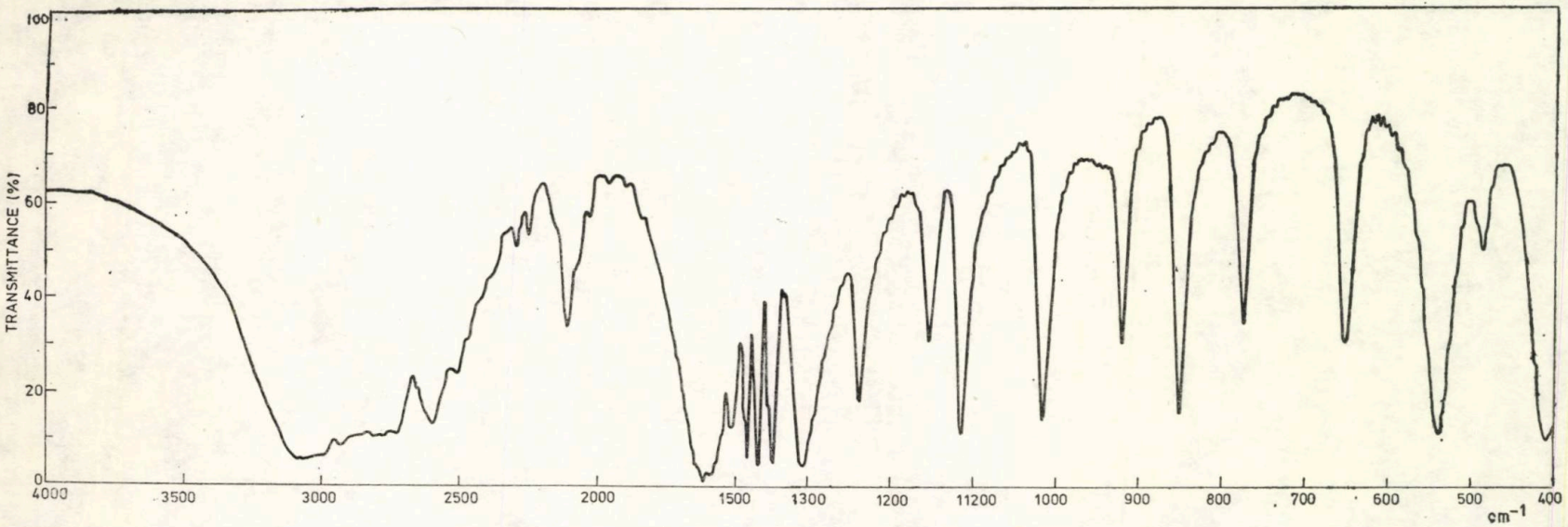
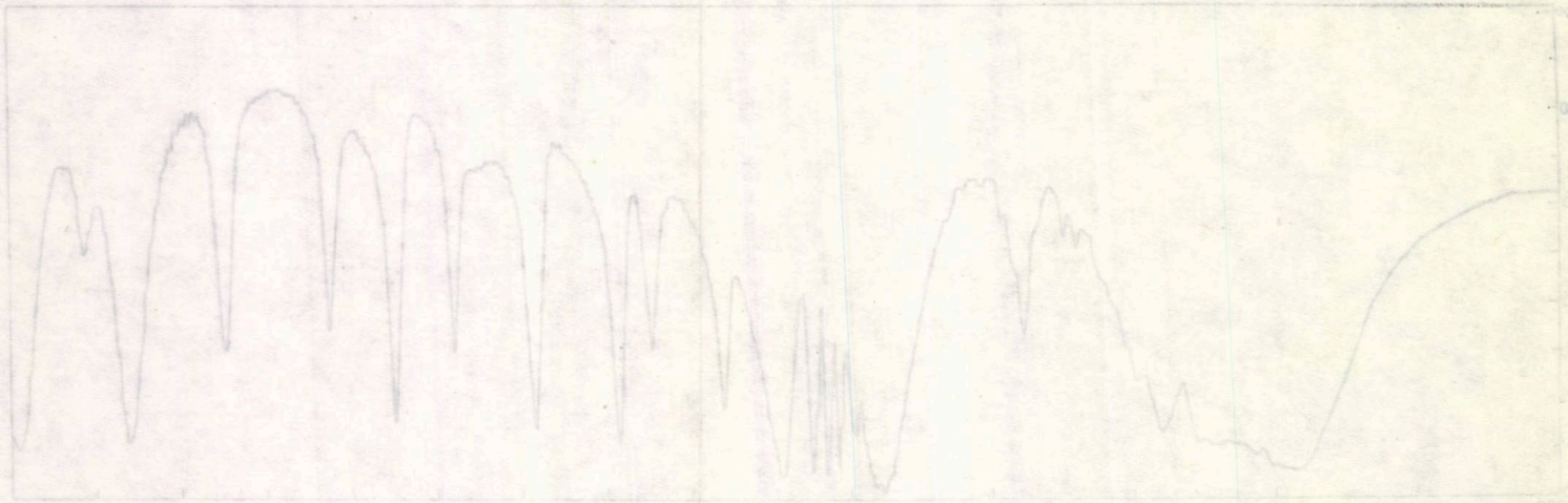


Fig. 1. — The infrared absorption spectrum of L-α-alanine.



tions of the CH_3 group (ν_{as^e}, ν_s, δ_{as^e}, δ_s, ρ_e, τ), 3 vibrations of the CH group (ν_{as}, ν_s, δ), 9 vibrations of the NH_3^+ group (as to the CH_3 group), 6 vibrations of the $-COO^-$ group (ν_{as}, ν_s, δ, ρ, τ, ω) to which one add the skeleton vibrations. But it is to be expected [7] as the degenerated group vibrations split only partial, some, as for example those of the CH group, appear with reduced intensites, others, as the τ_{CH_3}, δ, and γ of the skeleton appear under 400 cm^{-1}, the others, as ρ_{CH_3} and $\rho_{NH_3^+}$ are superimposed, hence the number of the observed vibrations is reduced. To ilustrate our results, in Fig. 1 is drawn the infrared spectrum of L-α-alanine, obtained in KBr pellet with the spectrophotometer Perkin-Elmer, model 337.

The absorption bands assignements of the normal L-α-alanine and of the N-denterated compound are listed in Table 1, together with the main peculiarities: position and relative intensity. The assignements are based on the analogies with previous experimental results [1]...[7] and on the preceding calculations [1]...[2]. We have used also our isotope shifts due to the deuteration of the amino-group as results from Table 1. Unlike the preceding results, [1] ... [3] in our infrared spectrum of normal L-α-alanine, the shoulden at 1 030 cm^{-1} is absent, instead an intense band appears at 2 110 cm^{-1}.

This last band is not reported in the preceding papers [1] ... [5], but a similar results was formed in the case of the D-L-α-amino-butiric acid [7]. Also, in our spectrum of N-deuterated L-α-alanine are missing the infrared absorptions at 1 005, 990 and 974 cm^{-1}.

The positions of the main absorption bands are known [13], [14] and our results confirm the corresponding assignements being in good agrement with the above mentioned works [1] ... [7]. It is necessary to establish only the nature of the absorption at 2 110 cm^{-1}. S t e g e r et al. [7] have proved that this band cannot be assigned to a vibration of the NH_3^+ group, it must be connected with the hydrogen bridge effect [7], [15].

Thus it was obtained the whole infrared spectrum of the L-α-alanine in the accesible range of 4 000 ... 400 cm^{-1}, making apparent new details and enriching the bands assignement. These facts may be taken into accont in the discussion of the properties of the investigated aminoacid.

Received the 15 August 1980

Polytechnic Institute, Jassy,
Department of General Chemistry

REFERENCES

1. F u k u s h i m a K., O n i s h i T., S h i m a n o u c h i T., M i z u s h i m a S., Spectrochim. Acta, 15, 236 (1959).
2. S u z u k i S., O s h i m a T., T a m i y a N., F u k u s h i m a K., S h i m a n o u c h i T., M i z u s h i m a S., Spectrochim. Acta, 15 (1959).
3. O s h i m a T., T a m i y a N., Spectochim. Acta, 17, 34 (1961).
4. С а л и м о в М. А., П ч е л и н В. А., К е р и м б е к о в А. В, Ж. физ. хим., 36, 225 (1966).
5. J a c o v i t z F., D u r k i n J. A., W a l t e r J. L., Spectrochim. Acta, 23 A, 67 (1967).
6. H e r l i n g e r A. W., W e h n h o l d S. L., L o n g T. V. II, J. Amer. Chem. Soc., 92, 6475 (1970).
7. S t e g e r E., T u r c u A., M a c o v e i V., Spectochim. Acta , 19, 293 (1963).

8. Смыслов М. А., Пчелин В. А., Керимбеков А. В., Ж. физ. хим., 37, 225 (1963).
9. Калнинс К., Москвичев Б. В., Дмитренко Л. В., Беленкии Б. Г., Самсонов Г. В., Изв. Акад. Наук СССР, Сер. хим., 10, 1897 (1965).
10. Rao C. N. R., *Chemical Application of Infrared Spectroscopy*. Academic Press, New York, 1963.
11. Bellamy L. J., *The Infrared Spectra of Complex Molecules*. Methuen, London, 1954.
12. Szumanski H. A., *I. R. Theory and Practice of Infrared Spectroscopy*. Plenum Press, New York, 1964.
13. Lecomte J., *Handbuch der Physik* (Herausgeber S. Flüge). Bd. 26, Springer Verlag, Berlin, 1958.
14. Jones R. N., Sandaty C., *Technique of Organic Chemistry* (Ed. by A. Weissberger). Vol. 9; W. West (Ed.), *Chemical Applications of Spectroscopy*. Interscience, London, 1956.
15. Орлов И. Г., Маркин В. С., Моисеев Ю. В., Кургин У. И., Ж. структ. хим., 7, 796 (1966).

STUDIUL SPECTRULUI INFRAROŞU AL L-α-ALANINEI

(Rezumat

Se cercetează spectrul infraroşu al L-α-alaninei în stare solidă şi condiţii speciale, în scopul atribuirii corecte a benzilor de absorbţie observate.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

D.C. 661.183.7

UTILISATION OF ROMANIAN SILICAGEL FOR SEPARATION OF SOME DYESTUFFS BY THIN LAYER CHROMATOGRAPHY

BY

ANIŞOARA BOLD, LUCIA BOSNEA and ELENA ZAHARIA

1. Introduction. Among the methods for analysis and separation of different substances, the Chromatographycal methods have an apart place in our days. It can be said that there isn't an analysis laboratory without applying one of many procedures of chromatography (on paper, thin layer, ion exchange, gas chromatography and so as).

Due to its advantages as well as due to the spectacular results what can be obtained, the thin layer chromatography (TLC) has been extended in the investigating laboratories in different fields such as biochemistry, pharmacy, analytical chemistry etc.

Among the inorganic substances employed as stationary phases, the silicagel gives the possibility to obtain good and reproductible results in analysis of some complex mixtures.

Since in our country, at the Laboratory of Analytical Chemistry Research in Cluj-Napoca city, the silicagel is manufactured for TLC, w● considered being of interest studying the conditions of its use for separation of dyestuff mixtures.

The present paper deals with some results as regarding the investigations on separation of the Romanian dyestuff mixtures and those by Cottestren type. The study has been done comparatively with the commercial silicagel CAMAG. Our investigations have been consisted in the developer influence, minimum detectible concentration, establishing the effect of total concentration on the resolution power as well as migration rate. The R_f factor has been calculated too.

2. Experimental. The chromatoplates were prepared using CAMAG and RG-LCCA silicagel as stationary phase, both having their granule size of 10 ... 40 μ in addition with 5% $CaSO_4$ 1.5 H_2O.

Preparation of the plates was made in accordance with the usual technique, by uniform laying down of one silicagel suspension on the 20×20 cm glass plates. The suspension was obtained by mixing, under magnetical stirring, 5 g silicagel with 12 ... 15 ml bidistilled water. The plates were maintained horizontaly for 24 h at room temperature folowed by their activation for 30 minutes at 110°C. In such a manner, a resistent layer having 250μ in thickness has been realized.

Developers. Several developing systems have been worked. Their composition is given in Table 1. Developing of the plates was performed twofold up ward, with intermediate drying. To assure a medium saturated with developer vapours, the walls ofc hromatographic cell have been provided with filter paper imbibed with the developing agent. The components being coloured, other detecting reactions were not necessary. Sensitiveness was increased by exposing in U.V. light.

The standard solutions (0.5 %) were obtained by dissolution of corresponding quantities of sample in water or in organic solvent, e.q. for Cottestren dimethylesulfoxide. Six industrial mixtures of Cottestren dyestuff and three groups (acid, base and direct) of Romanian dyestuff in different mixtures and a great number of developing systems have been analysed.

Table 1

Developing systems

Type of dyestuff	Composition of developing systems (V/V)
Romanian dyestuffs :	
a — acid	
acid red *R*	Propanol-acetone-water-acetic acid (5 : 5 : 3 : 1) ;
acid yellow *L*	Pyridine-butylacetate-water (9 : 6 : 5) ;
acid blue resistent *5R*	Butanol-ethanol-water (2 : 1 : 1)
	Propanol-ammoniumhydroxide (28%) (1 : 1)
	Ethanol-water (4 : 1)
	Methanol-water (3 : 2)
	Benzene-acetone (9 : 1)
	Benzene-chloroform-acetone (5 : 2 : 1)
b — basic	
melacryl red *BL*	Butanol-ethanol-water-acetic acid (10 : 1 : 1 : 1)
melacryl yellow	
melacryl blue *BLK*	Benzene-methanol (9 : 1)
	Amylic alcohole-ammonium hydroxide-ethanol (50 : 45 : 5)
	Methanol-water (3 : 2)
	Ethanol-water (4 : 1)
	Benzene-acetone (9 : 1)
	Benzene-chloroform-acetone (5 : 2 : 1)
c — direct	
bright direct red *4A*	Propanol-acetone-water-acetic acid (5 : 5 : 3 : 1)
resistent yellow *LR*	Pyridine-butylacetate-water (5 : 5 : 2)
	Butanol-acetone-water (5 : 5 : 3)
resistent direct blue L_2RN	Ethanol-water (4 : 1)
	Methanol-water (3 : 2)
	Pyridine-ammonium hydroxide-water (1 : 1 : 1)
Cottestren type dyestuff (six industrial mixtures C_1, C_2, C_3, C_4, C_5, C_6)	Amylic alcohole-ammonium hydroxide-ethanol (50 : 45 : 5)
	Benzene-chloroform-acetone (5 : 2 : 1)
	Benzene-acetone (9 : 1)
	Toluene-acetone (20 : 1)
	Benzene-methanol (9 : 1)
	Ethanol-water-acetic acid (20 : 14 : 1)

Table 2

Sample	Developing system: Methanol : water (3 : 2 v/v)												Sample	Developing system: Benzene : acetone (9 : 1 v/v)						Benzene: chloroform: acetone (5 : 2 : 1 v/v)						Toluene : acetone (20 : 1 v/v)					
	R_f values		Migration time min		Distance covering cm		Ethanol : water (4 : 1 v/v)							R_f values		Migration time min		Distance covering cm		R_f values		Migration time min		Distance covering cm		R_f values		Migration time min		Distance covering cm	
	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag		R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag	R.G.	Camag
Basic Red	0,28	0,18	20	20	6,7	7,8	0,30	0,16	25	25	6,5	9,0	C_1	0,87	0,83	13,0	13,0	7,6	19,0	0,86	0,83	36,0	36,0	8,4	10,9	0,69	0,66	15,0	15,0	8,0	10,2
			28	28	8,3	9,6			30	30	8,7	13,2				46,0	46,0	13,4	16,2	—	—	—	—	—	—	—		35,0	35,0	11,6	13,7
Basic Yellow	0,94	0,93	20	20	5,9	8,3	0,96	0,94	30	30	8,7	13,2	C_2	0,34	0,25					0,35	0,25	36,0	36,0	8,4	10,9	—	—	—	—	—	—
			30	30	8,5	12,5			30	30	8,7	13,2		0,37	0,28					0,37	0,29	36,0	36,0	8,4	10,9	0,15	0,12				
Basic Blue	0,13	0,10	20	20	5,9	8,3	0,15	0,11	25	25	6,5	9,0		0,53	0,43	9,0	9,0	5,6	7,8	0,53	0,42	36,0	36,0	8,4	10,9	0,17	0,13	15,0	15,0	8,0	10,2
			30	30	8,5	12,5			30	30	8,7	13,2		0,60	0,49	36,0	36,0	10,6	13,5	0,62	0,49	36,0	36,0	8,4	10,9	0,20	0,16	35,0	35,0	11,6	13,7
Acid Red	0·95	0·92	40	40	8,3	10,2	0,90	—	25	25	6,5	9,0		0,64	0,53	50,0	50,0	13,5	16,3	0,64	0,54	36,0	36,0	8,4	10,9	0,22	0,18				
									30	30	8,7	13,2		0,70	—					0,72	—	36,0	—	8,4	—	—	—				
Acid Yellow	0,93	0,90	10	10	4,3	6,0	0,95	0,92	25	25	6,5	9,0		0,91	0,87					0,91	0,87	36,0	36,0	8,4	10,9	0,70	0,70				
			16	16	5,9	8,7			30	30	8,7	13,2	C_3	0,29	0,24	9,0	9,0	5,6	7,8	0,29	0,25	36,0	36,0	8,4	10,9	0,15	0,11	15,0	15,0	8,0	10,2
Acid Blue	0,91	0,95	10	10	4,3	6,0	0,93	0,95	25	25	6,5	9,0		0,35	—	36,0	36,0	10,6	13,5	0,36	—	36,0	—	8,4	—	—	—	35,0	35,0	11,6	13,7
			16	16	5,9	8,7			30	30	8,7	13,2		0,46	0,39	48,0	48,0	13,5	16,3	0,46	0,40	36,0	36,0	8,4	10,9	0,21	0,16				
Direct Red	0,22	are not separated	40	—	8,3	—	0,24	are not separated	25	—	6,5	—	C_4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0,10	0,07				
									30	—	8,7	—		0,13	0,15					0,14	0,15	36,0	36,0	8,4	10,9	0,13	0,13				
Direct Yellow	0,93	are not separated	40	—	8,3	—	0,95	are not separated	25	—	6,5	—		0,20	—					0,22	—	36,0	—	8,4	—	0,18	0,26				
									30	—	8,7	—		0,26	—	9,0	9,0	5,8	7,8	0,26	—	36,0	—	8,4	—	0,31	0,31	15,0	15,0	8,0	10,2
Direct Blue	0,13	are not separated	40	—	8,3	—	0,15	are not separated	25	—	6,5	—		0,32	0,26	42,0	42,0	11,0	14,0	0,32	0,27	36,0	36,0	8,4	10,9	0,36	0,41	35,0	35,0	11,6	13,7
									30	—	8,7	—		0,56	0,52					0,56	0,50	36,0	36,0	8,4	10,9	0,46	0,51				
														0,68	0,63					0,69	0,64	36,0	36,0	8,4	10,9	0,53	—				
														0,95	0,94					0,95	0,93	36,0	36,0	8,4	10,9	0,78	0,84				
													C_5	0,22	0,27					0,28	0,27	36,0	36,0	8,4	10,9	0,16	0,10				
														—	—	9,0	9,0	6,4	8,4	—	—	—	—	—	—	0,29	0,29	15,0	15,0	8,0	10,2
														—	—	42,0	42,0	10,5	14,9	—	—	—	—	—	—	0,41	0,51	35,0	35,0	11,6	13,7
														0,71	0,83					0,70	0,82	36,0	36,0	8,4	10,9	0,60	—				
														0,78	0,92					0,78	0,94	36,0	36,0	8,4	10,9	0,71	0,76				
													C_6	—	—					—	—	—	—	—	—	0,11	0,10				
														0,31	0,24					0,30	0,24	36,0	36,0	8,4	10,9	0,18	0,14				
														—	—					—	—	—	—	—	—	0,21	0,19	15,0	15,0	8,0	10,2
														0,41	0,36	13,0	13,0	7,6	10,1	0,41	0,36	36,0	36,0	8,4	10,9	0,24	0,28	35,0	35,0	11,6	13,7
														0,55	0,51	46,0	46,0	13,4	16,2	0,54	0,51	36,0	36,0	8,4	10,9	0,39	—				
														0,68	0,66					0,68	0,67	36,0	36,0	8,4	10,9	0,50	0,41				
														0,73	0,72					0,75	0,72	36,0	36,0	8,4	10,9	0,62	--				

*) values are given for 35 g concentration

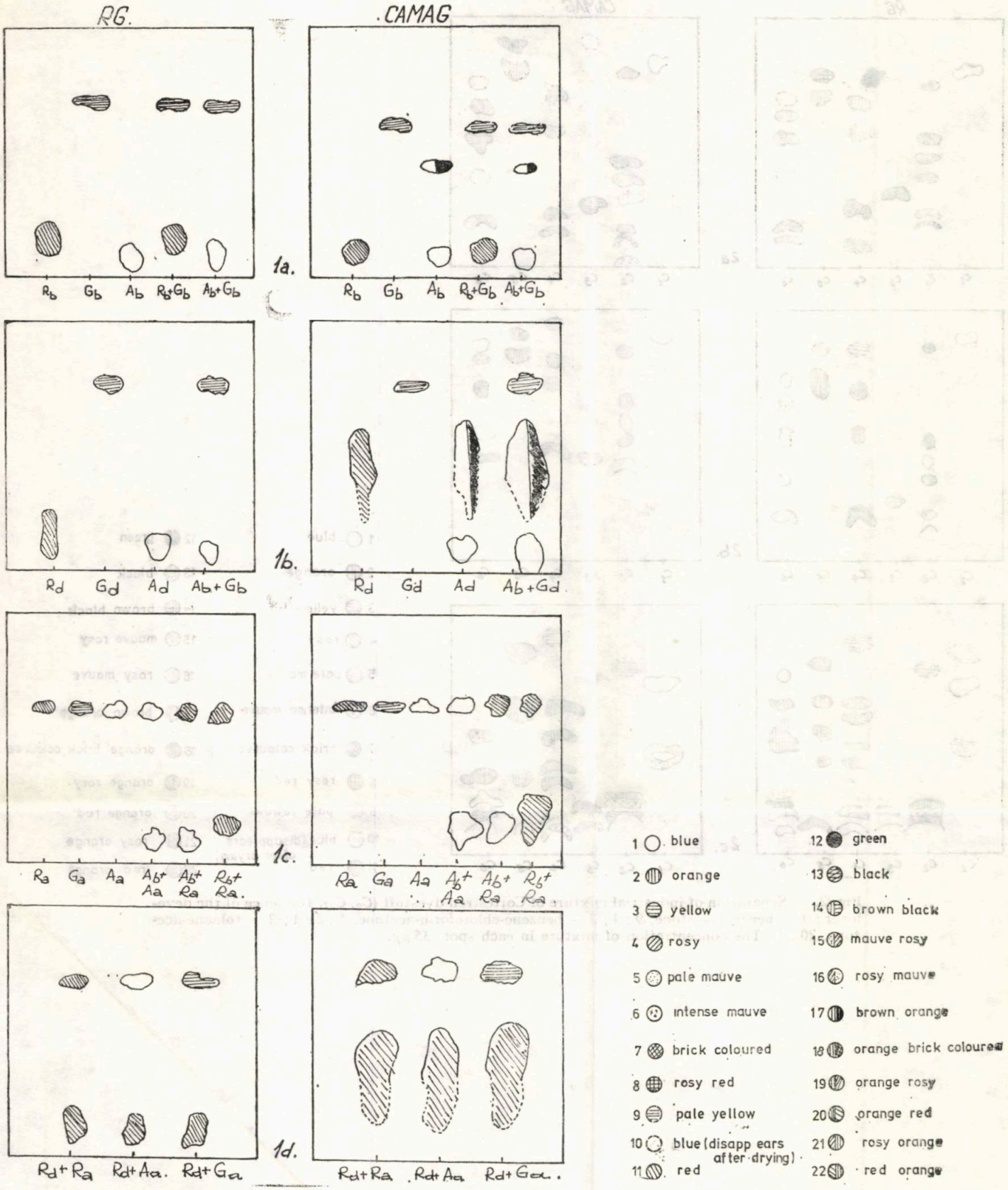


Fig. 1. Separation of Romanian dyestuffs. Influence of developer (methanol — water, 3 : 2); dyestuff concentration in spot — 35 μg; *a* — base dyestuff; *b* — synthetic mixture of base and direct dyestuff; *c* — synthetic mixture of acid and base dyestuff; *d* — synthetic mixture of acid and direct dyestuff.

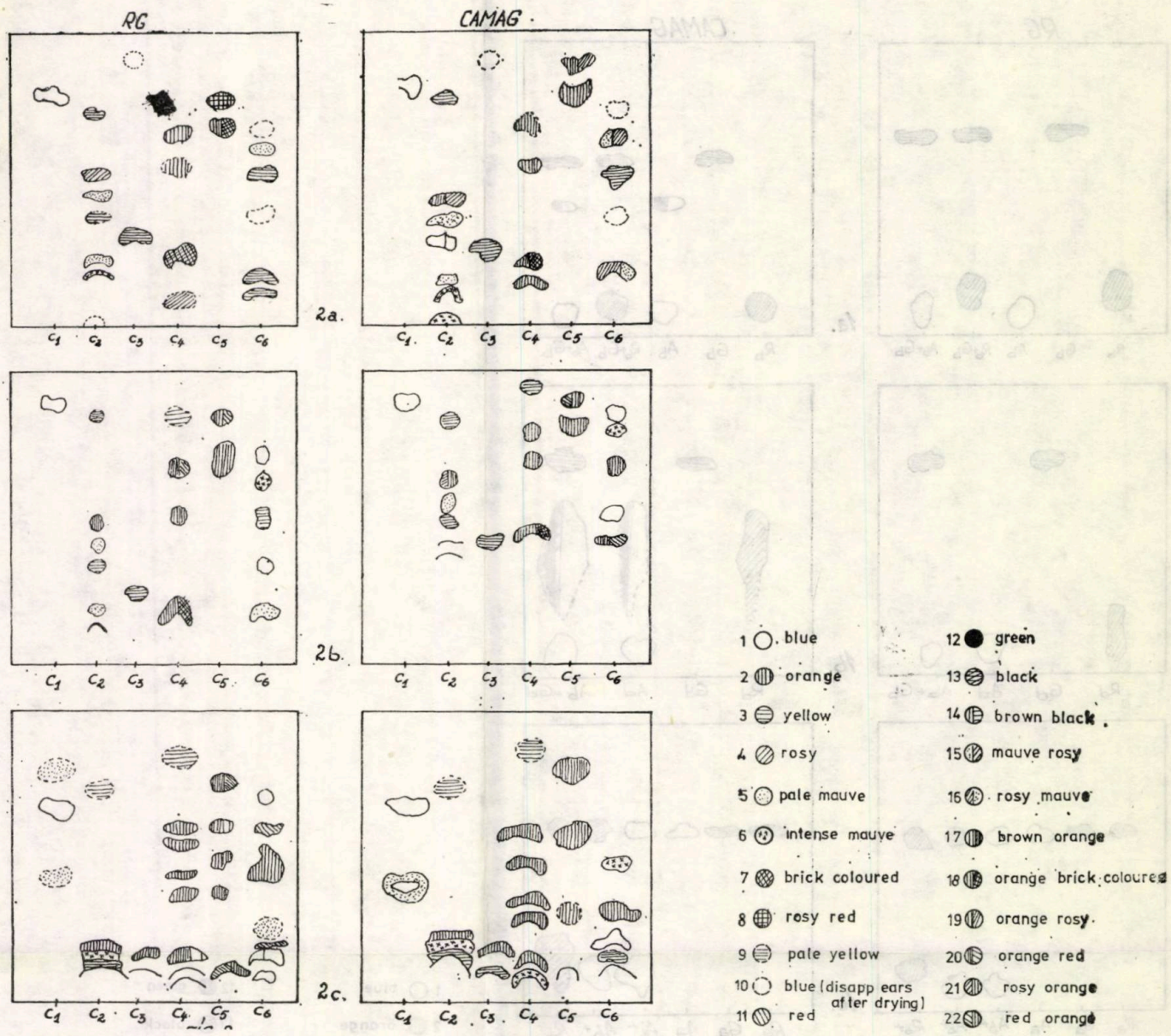


Fig. 2. — Separation of industrial mixture of Cottestren dyestuff (C_2, C_4). Influence of the developer : *1* — benzene-acetone, 9 : 1 ; 2 — benzene-chloroform-acetone, 5 : 2 : 1 ; 3 — toluene-acetone, 20 : 1. The concentration of mixture in each spot, 35 μg.

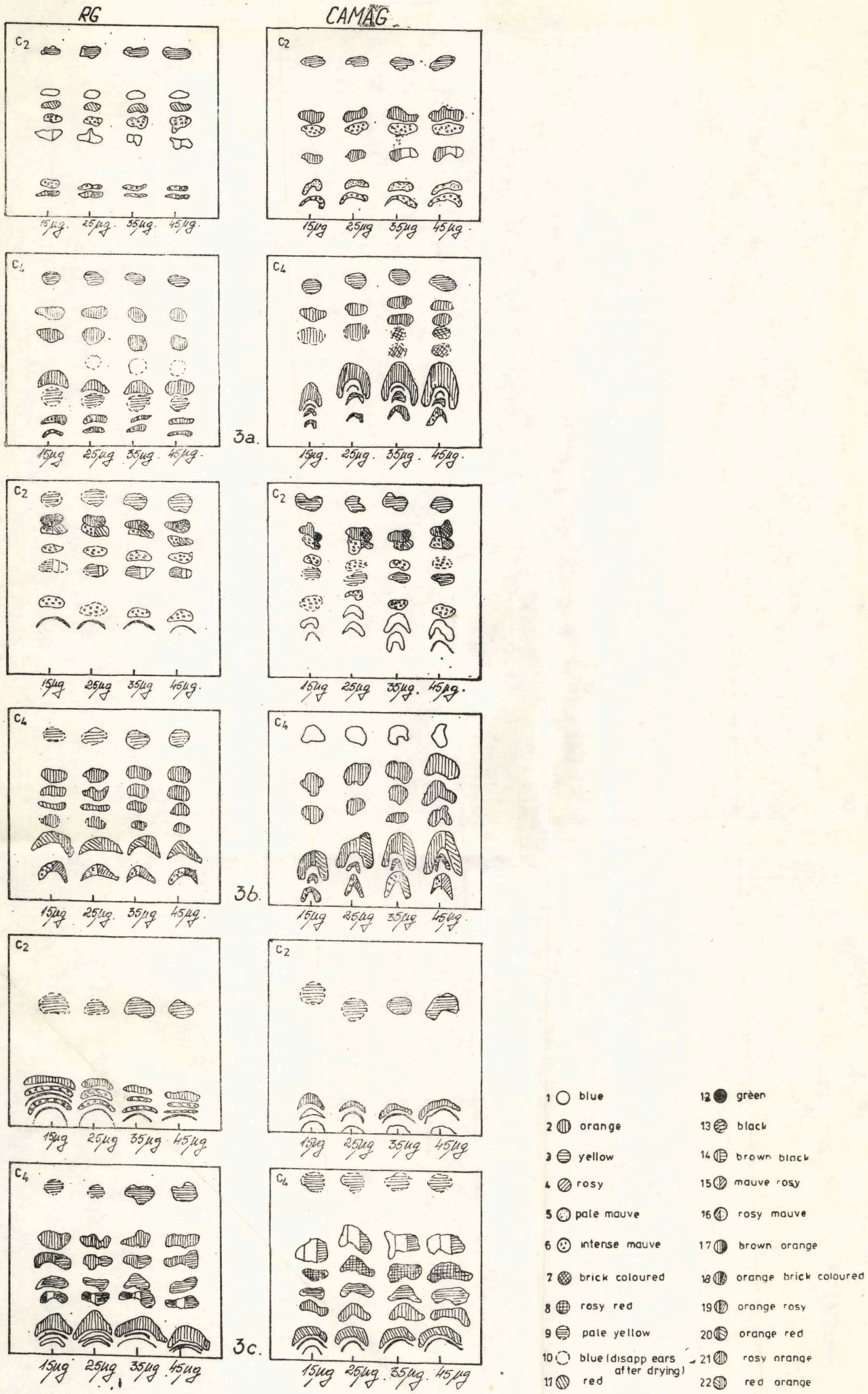


Fig. 3. — Separation of industrial mixtures of Cottestren dyestuff (C_2, C_4). Influence of concentration range 15...45 µg : *a* — benzene-acetone, 9 : 1 ; *b* — benzene-chloroform-acetone, 5 : 2 : 1 ; *c* — toluene-acetone, 20 : 1.

3. Discussion. The experimental data are given as figures and tables.

Developer influence. In the Figs. 1 and 2 is illustrated the behaviour of some unitary Romanian dyestuffs and their synthetical mixtures (Fig. 1) and of some industrial mixtures of Cottestren dyestuffs (samples *1* and *2*) (Fig. 2) in different developing systems.

As it comes out from Figs. 1 and 2, the separations, on the two sorts of silicagel, are good enough, the obtained spots being welshaped. The migration rate of the components is different, larger on CAMAG silicagel layer.

The developing time and the values of R_f are summarized in the Table 2.

It must be mentioned that for some mixtures of Cottestren dyestuffs, the resolution power of Romanian silicagel is better than that on CAMAG silicagel, being pointed out distinguished more components.

Concentration influence. Six mixtures of Cottestren dyestuffs have been analised. The operating concentrations ranged between 15 and 45 μg in each spot. The results obtained with the samples C_2 and C_4 in the case of using three developing systems (benzene-acetone, 9 : 1, benzene-chloroform-acetone, 5 : 2 : 1, and toluene-acetone, 20 : 1) are shown in Fig. 3*a*, *b*. A similar behaviour have had the other analized samples too.

On the basis of the results obtained, it can be said that the best range of concentration is from a minimum 15 μg up to a maximum of 45 μg in sample.

It must be also mentioned that for some mixtures having concentrations larger than 50 μg, the separation is not good, the spots are superposed or apear tails.

In U.V. light do not appear extra spots (for Cottestren), what permits to establish that the analysed mixtures do not contain fluorescente components.

The migration rate is depending on the stationary phase nature, while the separation power is not influenced by it.

Using the experimental data, the magnitudes R_f have been computed. Their values are given in Table 2.

This study led to the following conclusions : the RG silicagel can be employed with extremely good results for some dyestuffs separation by TLC ; the spots of separated components are small and welshaped ; migration rate of the components, indifferent by employed developing system, is less in the case of RG silicagel. In spite of this, their resolution power is better for some mixtures.

Received the 19 January 1980

Polytechnic Institute, Jassy,
Laboratory of Analytical Chemistry

REFERENCES

1. Brown J. C., J. Soc. Dyers and Colour., **80**, 185 (1964).
2. Rettie G. H., Haynes C. G., J. Soc. Dyers and Colour., **80**, 629 (1964).
3. Naff M. B., Naff A. S., J. Chem. Educ., **40**, 534 (1963).
4. Truter E. V., J. Chromatog., **14**, 57 (1964).
5. Abbott D. C., Thomson J., Analyst, **89**, 613 (1964).

6. Abbott D. C., Thomson J., Chem. and Ind., 481 (1964).
7. Sweeny C. D., *Thin Layer Chromatography*. American Dyestuff Reporter, *70* (September, 1972).
8. Schneider E., Mora R., Bold A., Bul. Inst. polit. Iaşi, **XXIV (XXIX)**, s. II (1978).

UTILIZAREA GELULUI DE SILICE ROMÂNESC LA SEPARAREA UNOR AMESTECURI DE COLORANŢI PRIN METODA CROMATOGRAFIEI ÎN STRAT SUBŢIRE

(Rezumat)

Se studiază comportarea gelului de silice românesc utilizat ca fază staţionară în cromatografia în strat subţire. Folosind diferite sisteme de dezvoltare se analizează comparativ acţiunea separatoare asupra unor amestecuri de coloranţi ai gelului de silice românesc şi ai celui comercial. Se determină concentraţia minimă detectabilă şi efectul concentraţiei totale asupra puterii de rezoluţie.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

D.C. 677.054

THEORETICAL STUDY OF THE SHUTTLE MOTION IN THE CONVENTIONAL WEAVING MACHINE

BY

MOHAMED A. EID

1. Introduction. The shuttle has the duty to insert the weft yarn in the opening of the shed. It is a wooden projectile with metal fittings and weighs about 500 gm. It carries sufficient yarn for some hundreds of insertions, the number depending on the yarn count and the width of the cloth. Although the whole shuttle weighs about 500 gm it will rarely carry much more than 50 gm of yarn. It must be accelerated from rest in a distance of 30 ... 40 cm to a speed of 10 ... 15 mt/sec. The maximum acceleration reaches a value of 1 000 mt/sec^2. The shuttle speed will be reduced through its travel across the shed due to the friction between shuttle and slay beam, shuttle and reed, shuttle and warp threads and due to the tension of weft yarn and lastly due to the air resistance.

The shuttle will be checked at the other shuttle box after its travel through the shed. This process is repeated at a rate varying between 100 and 220 times a minute and depending on the width of the loom.

The aim of this paper is to carry out a theoretical study of the shuttle motion across its travel through the shed and to give significance values for the energy loss due to friction of the shuttle and due to the kinetic energy loss in the checking of the shuttle at the end of its travel through the shed.

2. Theoretical Consideration. Fig. 1 shows the forces acting between the shuttle and the sley during its travel through the shed.

Where: $G = mg$; m = mass of the shuttle; g = earth gravity; Q_n = centrifugal force acting on the shuttle due to the movement of the sley ($= m(\dot{\alpha})^2 R$); $\dot{\alpha}$ = angular velocity of the sley; R_1 = the distance between the c.g. of the shuttle and the rocking shaft of the sley; Q_t = tangential force acting on the shuttle due to the acceleration of the sley ($= m\ddot{\alpha}R$); $\ddot{\alpha}$ = angular acceleration of the sley; P_1 = normal reaction between the sley beam and shuttle; P_2 = normal reaction between the reed and shuttle; $F_1 = u_1 P_1$ = frictional force of shuttle along warp threads; $F_2 = u_2 P_1$ = frictional force of shuttle across warp threads; $F_3 = u_3 P_2$ = = frictional force between shuttle and reed; u_1 = coefficient of friction along warp threads; u_2 = coefficient of friction across warp threads; u_3 =

= coefficient of friction between shuttle and reed ; $\dot{\theta}$ = angular crank speed ; θ = crank angle ; r = crank radius ; l = length of connecting rod.

Fig. 2 shows the variation of the shuttle speed during its travel through the shed. It will be accelerated from zero to the speed V_1 in the shuttle box, decreases through its travel in the shed to the speed V_2 mainly due to

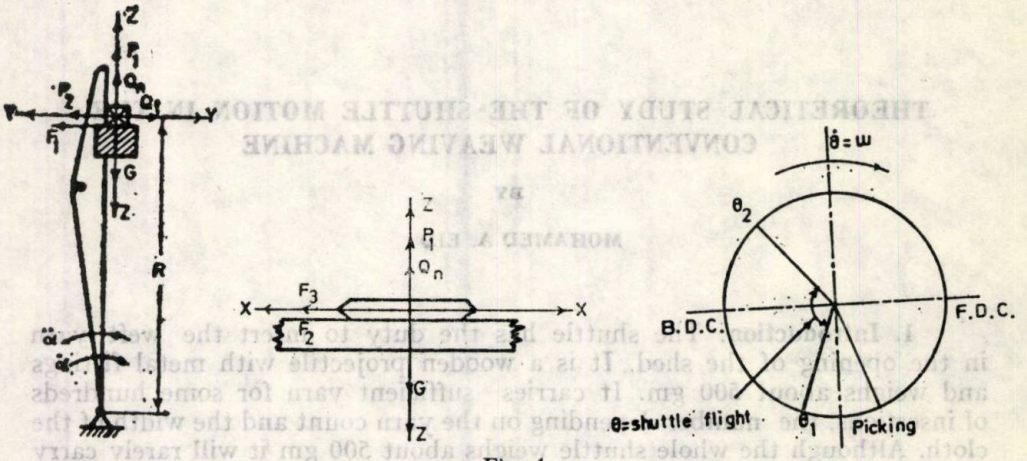


Fig. 1

friction between shuttle and sley and then will be retarded by checking in the other shuttle box from speed V_2 to zero again to be ready for the next pick. The forces acting on the shuttle during its flight through the shed are shown in Fig. 3.

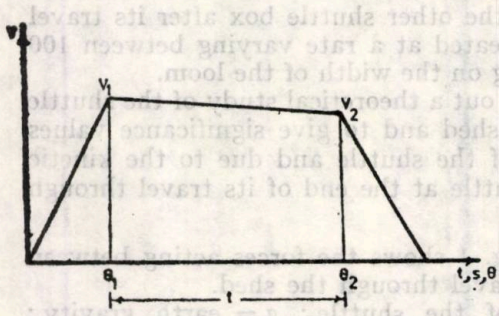


Fig. 2

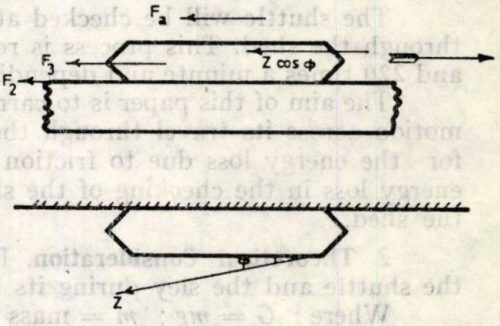


Fig. 3

Where : V_1 = shuttle speed at the entrance to the shed ; V_2 = shuttle speed at the entrance to the other shuttle box ; F_a = force due to air resistance ; Z = tension of weft yarn.

(1) $$V_2 = V_1 - bt,$$

where : b= retardation of the shuttle during its travel through the shed ; t = flight time of the shuttle through the shed = $\theta/\dot{\theta}$; m = mass of the shuttle.

$$m(V_1-V_2)=\int_0^t mb\,dt=\int_0^t (F_3+F_2+F_a+Z\cos\Phi)\,dt=\int_0^t (F_a+Z\cos\Phi)\,dt+$$

$$+\int_{\theta_1}^{\theta_2}(F_3+F_2)\frac{d\theta}{\dot\theta}=(F_a+Z\cos\Phi)\frac{\theta_2-\theta_1}{\dot\theta}+\int_{\theta_1}^{\theta_2}(F_3+F_2)\frac{d\theta}{\dot\theta}, \tag{2}$$

i.e.

$$V_2=V_1-\frac{1}{m}\left[(F_a+Z\cos\Phi)\frac{\theta_2-\theta_1}{\dot\theta}+\int_{\theta_1}^{\theta_2}(F_3+F_2)\frac{d\theta}{\dot\theta}\right]. \tag{3}$$

For simplification assume $\dot\theta=w$, angular speed of crank = constant. Also

$$\int_{\theta_1}^{\theta_2}F_3\frac{d\theta}{\dot\theta}=\int_{\theta_1}^{\theta_2}u_3P_2\frac{d\theta}{w}=\int_{\theta_1}^{\theta_2}u_3(Q_t-F_1)\frac{d\theta}{w},$$

with

$$Q_t=m\ddot\alpha R, \tag{4}$$

$$F_1=u_1P_1=u_1(G-Q_n)=u_1(G-m\dot\alpha^2R). \tag{5}$$

For simplicity the following equations for angular speed and acceleration of the sley will be considered:

$$\dot\alpha=w\frac{r}{R}\left(\sin\theta+\frac{r}{2l}\sin 2\theta\right), \tag{6}$$

$$\ddot\alpha=w^2\frac{r}{R}\left(\cos\theta+\frac{r}{l}\cos 2\theta\right). \tag{7}$$

Then

$$\int_{\theta_1}^{\theta_2}F_3\frac{d\theta}{w}=\int_{\theta_1}^{\theta_2}u_3[m\ddot\alpha R-u_1(G-m\alpha^2R)]\frac{d\theta}{w}=\int_{\theta_1}^{\theta_2}u_3\left[mw^2r\left(\cos\theta+\right.\right.$$

$$\left.\left.+\frac{r}{l}\cos 2\theta\right)-u_1\left\{mg-mw^2\frac{r^2}{R}\left(\sin\theta+\frac{r}{2l}\sin 2\theta\right)^2\right\}\right]\frac{d\theta}{w}=$$

$$=\left[u_3mwr\left(\sin\theta+\frac{r}{2l}\sin 2\theta\right)-\frac{u_1u_3}{w}mg\,\theta+\right. \tag{8}$$

$$\left.+u_1u_3\,m\frac{wr^2}{R}\left\{\frac{1}{2}\left(\theta-\frac{1}{2}\sin 2\theta\right)+\frac{r}{2l}\left(\frac{2\sin^3\theta}{3}\right)+\frac{r^2}{8l^2}\left(\theta-\frac{1}{4}\sin 4\theta\right)\right\}\right]_{\theta_1}^{\theta_2}.$$

Further

$$\int_{\theta_1}^{\theta_2}F_2\frac{d\theta}{\dot\theta}=\int_{\theta_1}^{\theta_2}u_2P_1\frac{d\theta}{w},$$

with

$$P_1 = mg - Q_n = mg - m\dot{\alpha}^2 R. \tag{9}$$

From Eqs. (6) and (9) we get

$$P_1 = mg - mw^2 \frac{r^2}{R}\left(\sin\theta + \frac{r}{2l}\sin 2\theta\right)^2, \tag{10}$$

$$\int_{\theta_1}^{\theta_2} F_2 \frac{d\theta}{w} = \int_{\theta_1}^{\theta_2} u_2 \left[mg - mw^2 \frac{r^2}{R}\left(\sin\theta + \frac{r}{2l}\sin 2\theta\right)^2\right]\frac{d\theta}{w} =$$

$$= \frac{u_2}{w}\left[mg\,\theta - mw^2 \frac{r^2}{R}\left\{\frac{1}{2}\left(\theta - \frac{1}{2}\sin 2\theta\right) + \frac{r}{l}\left(\frac{2\sin 3\theta}{3}\right) + \right.\right. \tag{11}$$

$$\left.\left. + \frac{r}{8l^2}\left(\theta - \frac{1}{4}\sin 4\theta\right)\right\}\right]_{\theta_1}^{\theta_2}.$$

The force due to air resistance is

$$F_a = C_D \rho \frac{V_m^2}{2} A, \tag{12}$$

where: C_D = coefficient of drag; ρ = air density; V_m = mean shuttle speed; A = projectional sectional area of the shuttle = BD; B = breadth of the shuttle; D = height of the shuttle.

The following equation is given by Foster [2] for pirns mounted between shuttle walls:

$$Z = \frac{0{,}9S\sqrt{W}}{d(C+6\,4)}, \tag{13}$$

where: Z = the weft yarn tension in gm; S = the unwinding speed in yd./min.; W = the distance between shuttle walls in inches; d = the mean pirn diameter given by

$$d = \frac{d_f - d_e}{2} + d_e,$$

where: d_f = full pirn diameter in inches; d_e = pirn barrel diameter in inches; C = the yarn count in Y.S.W. system.

By substituting Eqs. (8), (11), (12), (13) and the value of V_1 in Eq. (3) we can calculate the value of V_2.

A solved example can be given with the following data.

(a) loom speed = n = 120 r.p.m.; θ = angular speed = $w = 2\pi n/60 =$ = 12,57 rad/sec.; drank radius = r = 0.1 mt; length of connecting rod = = l = 0.388 mt.; the distance R = 0.81 mt; shuttle mass = m = 0 5 Kg; $u_1 = u_2 = 0\,3$; $u_3 = 0.4$; θ_1 = the angle of entrance of the shuttle to the shed = 100°; θ_2 = the angle at which the shuttle leaves the shed = 220°.

From the above data the term $(F_3 + F_2)\,d\theta/w$ is calculated and is found to be

$$\int_{\dot{\theta}_1}^{\theta_2} (F_1+F_2)\frac{d\theta}{w} = 0\,078 \text{ Kg. sec.} \tag{14}$$

(b) V_m = mean shuttle speed = 15 mt/sec ; C_D = coefficient of drag = 0,3 ; ρ = air density at normal conditions = 1.24 kg/mt^3 ; A = = projectional shuttle area = 0.00147 mt^2.

From the above data the air drag force of the shuttle can be calculated by (12) :

$$F_a = 0.00627 \text{ Kg.} \tag{15}$$

(c) S = the unwinding speed of the pirn = 984.4 yd /min. ; W = the distance between shuttle walls = 2 inch ; d = the mean pirn diameter = = 0 875 inch ; c = the yarn count is Y.S.W. system = 45.

From the above data the value of the weft tension can be calculated (see (13)) :

$$Z = 0\,02785 \text{ Kg.} \tag{16}$$

By substituting the values of Eqs . (14), (15), (16) in Eq. (3) and assuming cos Φ to be nearly equal to unity, we get :

$$V_2 = V_1 - 1.64 ; \tag{17}$$

$$V_m = 15 = \frac{V_1+V_2}{2} . \tag{18}$$

From Eqs. (17) and (18) we get

$$\begin{cases} V_1 = 15\,84 \text{ mt/sec.} \\ \qquad\qquad \text{reduction in shuttle speed} = 10.36\%. \\ V_2 = 14.18 \text{ mt/sec.} \end{cases}$$

The retardation b of the shuttle during its travel through the shed can be calculated by (1); but

$$t = \frac{\theta}{\omega} = 0.167 \text{ sec.}$$

The average value of the retardation of the shuttle is

$$b = \frac{V_1 - V_2}{t} = 9.82 \text{ mt/sec}^2.$$

3. **Conclusions.** From the previous theoretical study of the shuttle motion through the shed, the following results can be mentioned.

1. The shuttle speed will decrease through its flight across the shed mainly due to the friction between the shuttle and the sley.

2. The shuttle speed will be reduced by about 10% from its initial value at the entrance to the shed.

3. The average value of the retardation of the shuttle reaches a value of 9.82 mt/sec^2.

Received June 27, 1980

Alexandria University,
Textile Engineering Department,
Alexandria, Egypt

REFERENCES

1. Schneider J., *Weberei*. Springer Verlag, 1961.
2. Foster, *Tension Variations occuring During the Unwinding of Cops and Pirns*. J. T. I. Proc., **50**, 7 (1959).
3. Hahn H., *Webmaschinen*. Leipzig, 1966.
4. Daugherty R. L., Ingersoll A. C., *Fluid Mechanics*. 1954.

STUDIUL TEORETIC AL MIŞCĂRII SUVEICII ÎN MAŞINA CLASICĂ DE ŢESUT

(Rezumat)

Se studiază mişcarea suveicii pentru inserarea firului de bătătură în rost la maşina clasică de ţesut. Se prezintă un procedeu de calcul al pierderilor de energie pe traseul de zbor şi în oaseta receptoare.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

C. Z. 677.86

CERCETĂRI ASUPRA NEŞIFONABILIZĂRII ŢESĂTURILOR CELULOZICE TIP BUMBAC ŞI TIP MĂTASE PRIN POLICONDENSARE ÎN CÎMP DE RADIAŢII INFRAROŞII

DE

FLORIN VĂLU, ELENA ILIESCU şi LILIANA STOICHIŢESCU

1. **Introducere.** Prin aplicarea tratamentelor de neşifonabilizare se urmăreşte conferirea unei rezistenţe ridicate la şifonare a materialelor textile, capacitate bună de revenire din şifonare, în stare umedă şi uscată, şi de asemenea capacitate de autonetezire—după spălare—astfel încît să se diminueze eforturile şi timpul necesar întreţinerii [1].

Realizarea şi perfecţionarea acestor deziderate impune abordarea aspectelor teoretice şi practice referitoare la cunoaşterea mecanismelor de şifonare a ţesăturilor din fibre celulozice naturale şi artificiale şi la factorii determinanţi ai tratamentelor prin care se reduce sau se suprimă acest inconvenient, corespunzător caracteristicilor structurale, precum şi modificării lor în prezenţa agenţilor chimici, fizici şi mecanici [2].

Finisarea superioară de neşifonabilizare a ţesăturilor pe de o parte vizează îmbunătăţirea calităţii finisării, iar pe de alta creşterea productivităţii şi ridicarea preţului de cost prin aplicarea diverselor procedee şi produse de reticulare [3].

Dintre procedeele de aplicare a apreturilor de neşifonabilizare — prin polimerizare la cald în prezenţa unui catalizator acid, prin polimerizare la rece în prezenţa unui catalizator acid, prin polimerizare la cald şi rece în prezenţa unui catalizator alcalin, prin dublă polimerizare, prin polimerizare la cald şi la rece în prezenţa solvenţilor organici —, frecvent se utilizează procedeul de polimerizare la cald în prezenţa unui catalizator acid [4]. Procedeul utilizează răşini termosensibile, care se formează la temperatura de 140°...150°C şi durate de 4...5 minute, prin policondensarea răşinilor ureo-formaldehidice pe fibrele celulozice. Elaborat odată cu folosirea primelor răşini termoplastice şi aplicat în prezent şi pentru răşinile reactante, procedeul conferă ţesăturilor celulozice o neşifonabilizare foarte bună în stare uscată, pe lîngă faptul că utilizează răşini şi catalizatori de polimerizare la cald, care nu provoacă îngălbenirea ţesăturilor şi nici apariţia unui miros de produse reziduale, renunţîndu-se astfel la operaţia de spălare a ţesăturii după condensare.

Însă, procedeul prezintă şi dezavantajul unui tuşeu mai aspru, a unei scăderi importante a rezistenţei la rupere a ţesăturii şi a unor valori necorespunzătoare pentru unghiul de revenire din şifonare umedă [5].

Procedeul utilizează rășinile sintetice ureo-formaldehidice, care se formează din termenii primari de condensare, solubili (precondensatele de tratare) monometilol și dimetilolureea [6].

Datorită solubilității în apă, moleculele de precondensat au posibilitatea de a pătrunde în interiorul fibrelor textile. Aici au loc în prezența unui catalizator acid și la temperatură ridicată, reacții intermoleculare de policondensare, care conduc la formarea rășinii finale insolubile [7].

Pentru aceste rășini, se consideră că efectul final de nesifonabilizare este determinat de depunerea agregatelor de rășini în regiunile amorfe și spațiile libere din fibră, cît și prin crearea de punți covalente între macromoleculele celulozice și policondensatele tridimensionale. Final efectul este determinat de :

a) legăturile de hidrogen ce se stabilesc între policondensatele tridimensionale și grupele hidroxilice ale celulozei — legături ce sînt considerate stabile și inaccesibile ;

b) legăturile de hidrogen existente în mod normal între catenele macromoleculelor celulozice adiacente și cele formate prin acțiunea căldurii în timpul condensării ;

c) depunerea de polimer tridimensional în regiunile accesibile ale fibrei [8].

2. **Partea experimentală**. În cadrul cercetării s-a urmărit creșterea vitezei de policondensare prin acțiunea termică a cîmpului de radiații infraroșii, cunoscînd faptul că acesta intervine în procesul de policondensare numai ca sursă de căldură, fără să aibă vreo acțiune specifică fotochimică. Avantajul policondensării în IR, constă în faptul că radiațiile IR încălzesc direct materialul textil fără să încălzească și aerul pe care-l străbat, spre deosebire de încălzirea convențională prin convecție. În plus, în policondensarea clasică este necesară detașarea, distrugerea stratului limită de aer rece aderent pe suprafața țesăturii, care acționează ca un izolant termic, prelungind durata acestei faze — de policondensare, pînă la 4 ...5 minute.

În cazul încălzirii prin radiații IR, nu au loc și fenomene de transfer de masă, căldura formîndu-se ca urmare a absorbției radiațiilor IR de către țesătură [9]. Temperatura necesară este atinsă mult mai repede (20 ... 30 secunde) și policondensarea poate să se realizeze mai complet în interiorul fibrei.

Emițătorul de IR va asigura deci, teoretic, un randament maxim, dacă zona de absorbție maximă a celulozei va corespunde zonei de emisie a generatorului de IR [4].

În cadrul cercetării s-a utilizat un generator de radiații IR cu frecvența de 60 Hz și putere 0,5 kW, care emite radiații cu lungimea de undă în regiunea de 2μ ... 4μ [10], corespunzătoare maximului de absorbție a acestor radiații de către celuloză [11].

Tratamentele de nesifonabilizare s-au aplicat pe trei tipuri de materiale textile : tip bumbac (țesături din bumbac 100% și țesături din 50%bumbac + 50% celo) și tip mătase (țesături din 100% vîscoză).

Impregnarea fiecărui tip de material textil s-a efectuat în două variante de lucru :

a) Viopret 200 g/l ; Rucovivace 20 g/l ; Catalizator (*X*) 4 g/l.

b) La prima variantă s-a adăugat uree, în concentrație de 7 g/l.

Catalizatorul acid *X* a fost schimbat pe rînd începînd cu azotat de amoniu sulfat de amoniu clorură de amoniu sulfat de zinc şi acetat de zinc.

După impregnare materialul textil a fost stors pînă la un grad de stoarcere de 100%, uscat la temperatura de 70°C şi supus fazei de policondensare în următoarele două condiţii de lucru : policondensare clasică la 140°C şi durată de 5 minute ; policondensare în prezenţa cîmpului de radiaţii IR la durate de 30 secunde şi diverse temperaturi (120°C, 130°C, 140°C, 150°C).

Pentru aprecierea efectelor acestor tratamente s-au determinat indicii fizico-mecanici (care exprimă degradarea materialului textil, prezentaţi în tabelele 1...5) şi unghiul de revenire din şifonare (care indică efectul tratamentului, prin valorile prezentate în tabelele 6...10).

Tabelul 1

Indici fizico-mecanici ai ţesăturilor tratate în prezenţa catalizatorului NH_4NO_3

Tratament	Ţesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	rezistenţă kg/f	alungire %	rezistenţă kg/f	alungire %	rezistenţă kg/f	alungire %
Netratat (martor)	29,0	11,5	70,0	33,5	31,0	25,0
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	13,0	21,5	25,0	24,0	25,5	16,5
varianta *b*	10,5	15,0	31,0	13,0	31,5	16,0
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	16,0	6,0	22,0	19,0	14,0	28,0
varianta *b*	15,0	15,0	21,0	13,5	14,0	20,0
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	10,5	6,0	26,0	22,0	21,0	31,0
varianta *b*	15,0	6,0	28,0	18,0	15,0	24,5
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	16,0	21,0	28,0	28,0	21,0	31,0
varianta *b*	17,5	14,5	20,0	24,0	14,0	19,0
V. Policondensare la 140°C cu IR						
varianta *b*	11,0	14,5	22,0	15,0	13,0	24,0

Din datele prezentate în tabelele 1...5 rezultă o scădere a rezistenţelor la rupere după fiecare tratament de neşifonabilizare şi pentru fiecare catalizator. Se remarcă însă, o scădere mai mică a rezistenţelor la rupere, după majoritatea tratamentelor de neşifonabilizare cu policondensare în prezenţa radiaţiilor IR.

Datorită timpului foarte scurt de expunere, reacţia preferenţială este cea de policondensare între moleculele reactanţilor primari, reacţia

Tabelul 2

Indici fizico-mecanici ai ţesăturilor tratate în prezenţa catalizatorului $(NH_4)_2SO_4$

Tratament	Ţesături din bbc		Ţesături din vîscoză		Ţesături din amestec	
	rezistenţă kg/f	alungire %	rezistenţă kg/f	alungire %	rezistenţă kg/f	alungire %
Netratat (martor)	29,0	11,5	70,0	33,5	31,0	25,0
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	9,5	19,5	35,0	23,0	22,0	18,5
varianta *b*	8,0	15,5	25,0	22,0	13,0	14,0
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	7,5	16,6	35,0	25,0	25,5	18,0
varianta *b*	17,0	7,0	25,0	18,5	23,0	12,0
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	15,5	16,0	36,0	30,0	30,0	17,0
varianta *b*	13,0	9,0	35,0	17,0	15,0	20,0
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	11,0	15,0	38,0	21,0	36,0	15,0
varianta *b*	24,0	8,0	35,0	14,0	25,0	13,0
V. Policondensare la 140°C cu IR						
varianta *b*	10,0	6,0	24,0	14,0	16,0	22,0
VI. Policondensare la 150°C cu IR						
varianta *b*	11,0	16,5	25,0	21,0	30,0	17,5

de reticulare cu celuloza — principala cauză a diminuării rezistenţei — fiind de mai mică amploare faţă de variantele clasice.

Şi natura catalizatorului are un rol important în efectele tratamentelor de neşifonabilizare, permiţînd stabilirea temperaturii optime de policondensare în IR, pentru fiecare catalizator.

Valorile unghiurilor de revenire din şifonare, în toate cazurile, sînt mai mari după policondensarea în IR, fiind cuprinse între 150 şi 160, valori cu mult mai mari decît cele obţinute după tratamentul clasic de neşifonabilizare (care se efectuează la durate şi temperaturi mai mari decît cel realizat în prezenţa radiaţiilor IR).

3. **Concluzii**. Prin folosirea acţiunii cîmpului de radiaţii IR, ca agent termic în policondensarea răşinilor de tratare neşifonabilă, rezultă următoarele avantaje:

1. Reducerea duratei fazei de policondensare, de la 4...5 minute din variantele clasice, la 30 secunde, în cazul folosirii radiaţiilor IR.

2. Valori mai mari ale unghiurilor de revenire din şifonare decît în cazul variantelor clasice, datorită creşterii randamentului de policondensare, prin pătrunderea directă a radiaţiilor IR în zonele respective.

Tabelul 3

Indici fizico-mecanici ai țesăturilor tratate în prezența catalizatorului NH_4Cl

Tratament	Țesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	rezistență kg/f	alungire %	rezistență kg/f	alungire %	rezistență kg/f	alungire %
Netratat (martor)	29,0	11,5	70,0	33,5	31,0	29,0
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	15,0	30,5	22,0	29,0	8,0	17,0
varianta *b*	13,0	20,0	16,0	26,0	10,0	20,0
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	10,0	22,5	24,0	17,0	19,0	25,0
varianta *b*	12,0	17,0	19,0	19,0	16,0	23,5
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	9,0	15,5	30,0	15,0	27,0	17,5
varianta *b*	9,5	13,0	24,0	21,0	26,0	15,0
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	18,0	15,5	27,0	24,0	18,5	27,0
varianta *b*	20,0	9,0	34,0	20,0	16,0	15,0
V. Policondensare la 140°C cu IR						
varianta *a*	10,5	14,0	20,0	19,0	11,0	21,0
varianta *b*	12,0	16,0	27,0	22,0	11,5	22,0
VI. Policondensare la 150°C cu IR						
varianta *b*	9,0	17,0	25,0	19,0	11,0	22,5

Tabelul 4

Indici fizico-mecanici ai țesăturilor tratate în prezența catalizatorului $ZnSO_4$

Tratament	Țesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	rezistență kg/f	alungire %	rezistență kg/f	alungire %	rezistență kg/f	alungire %
Netratat (martor)	29,0	11,5	70,0	31,0	31,0	29,0
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	15,0	30,5	22,0	29,0	8,0	17,0
varianta *b*	13,0	20,0	16,0	26,0	10,0	20,0
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	18,5	29,0	28,0	45,0	15,5	26,0
varianta *b*	18,5	20,0	46,5	23,0	27,0	29,0
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	17,0	23,0	40,0	21,0	26,0	28,0
varianta *b*	23,0	23,0	40,0	30,0	24,0	24,0
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	25,0	17,5	35,0	20,0	27,0	17,5
varianta *b*	9,0	15,0	16,0	32,0	25,0	20,0
V. Policondensare la 140°C cu IR						
varianta *a*	9,7	34,0	28,0	33,0	27,0	20,5
varianta *b*	10,5	27,0	28,0	36,0	25,0	34,0

Tabelul 5

Indici fizico-mecanici ai țesăturilor tratate în prezența catalizatorului $Zn(CH_3COO)_2$

Tratament	Țesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	rezistență kg/f	alungire %	rezistență kg/f	alungire %	rezistență kg/f	alungire %
Netratat (martor)	29,0	11,5	70,0	33,5	31,0	29,0
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	15,0	30,5	22,0	29,0	8,0	17,0
varianta *b*	13,0	20,0	29,0	26,0	10,0	20,0
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	14,0	26,0	46,0	15,0	34,0	20,0
varianta *b*	16,5	24,0	60,0	22,5	24,5	26,5
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	17,5	21,0	37,0	27,0	23,5	20,0
varianta *b*	12,5	19,2	40,0	21,5	21,0	20,0
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	14,5	18,0	55,0	26,0	21,5	33,0
V. Policondensare la 140°C cu IR						
varianta *a*	17,5	20,0	41,0	24,0	20,0	36,5
varianta *b*	26,0	25,0	45,5	20,5	25,0	31,0
VI. Policondensare la 150°C cu IR						
varianta *a*	18,0	21,5	31,0	20,0	38,0	20,5

Tabelul 6

Valorile unghiurilor de revenire din șifonare, catalizator $(NH_4)_2SO_4$

Tratament	Țesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	în U	în B	în U	în B	în U	în B
Netratat (martor)	90	90	100	90	90	100
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	120	130	125	125	133	130
varianta *b*	110	130	140	120	140	145
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	124	120	130	130	120	120
varianta *b*	144	142	127	127	109	112
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	145	159	107	108	137	138
varianta *b*	130	130	120	120	115	120
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	145	145	135	135	136	135
varianta *b*	133	140	133	136	140	136
V. Policondensare la 140°C cu IR						
varianta *b*	125	130	115	117	122	127
VI. Policondensare la 150°C cu IR						
varianta *b*	138	137	142	140	105	75

Tabelul 7

Valorile unghiurilor de revenire din șifonare, catalizator $(NH_4)NO_3$

Tratament	Țesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	în U	în B	în U	în B	în U	în B
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	145	135	135	135	135	135
varianta *b*	135	135	140	140	100	120
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	155	150	130	130	115	120
varianta *b*	138	138	129	125	130	130
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	155	140	133	130	130	131
varianta *b*	140	140	139	135	125	129
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	140	140	135	139	116	112
varianta *b*	115	130	110	129	107	100
V. Policondensare la 140°C cu IR						
varianta *b*	135	140	130	140	129	127

Tabelul 8

Valorile unghiurilor de revenire din șifonare, catalizator NH_4Cl

Tratament	Țesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	în U	în B	în U	în B	în U	în B
Netratat (martor)	90	90	100	90	90	100
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	130	130	130	135	115	125
varianta *b*	130	135	135	130	115	120
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	150	160	130	135	137	130
varianta *b*	130	140	127	130	115	115
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	150	150	131	155	121	125
varianta *b*	150	150	150	150	150	150
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	148	150	141	139	130	129
varianta *b*	108	100	110	119	119	115
V. Policondensare la 140°C cu IR						
varianta *a*	140	140	115	120	110	117
varianta *b*	148	150	145	145	—	—
VI. Policondensare la 150°C cu IR						
varianta *a*	145	160	140	150	135	130

Tabelul 9

Valorile unghiurilor de revenire din șifonare, catalizator $ZnSO_4$

Tratament	Țesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	în U	în B	în U	în B	în U	în B
Netratat (martor)	90	90	100	90	90	100
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	138	149	150	150	148	145
varianta *b*	130	135	120	115	120	125
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	140	140	145	141	141	139
varianta *b*	100	100	90	100	93	110
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	160	155	150	150	140	140
varianta *b*	130	120	150	148	125	120
IV. Policondensare la 130° C cu IR						
varianta *a*	150	150	140	140	145	145
varianta *b*	95	95	118	127	109	112

Tabelul 10

Valorile unghiurilor de revenire din șifonare, catalizator $Zn(CH_3COO)_2$

Tratament	Țesături din					
	bbc		vîscoză		amestec	
	în U	în B	în U	în B	în U	în B
Netratat (martor)	90	90	100	90	90	100
I. Policondensare clasică						
varianta *a*	100	100	106	105	119	118
varianta *b*	95	95	90	95	95	95
II. Policondensare la 110°C cu IR						
varianta *a*	130	130	130	130	130	130
varianta *b*	105	105	106	106	115	118
III. Policondensare la 120°C cu IR						
varianta *a*	145	145	140	140	110	110
IV. Policondensare la 130°C cu IR						
varianta *a*	145	145	130	129	120	120
varianta *b*	119	100	100	110	117	95
V. Policondensare la 150°C cu IR						
varianta *a*	136	130	130	130	128	120

3. Menajarea suportului textil, prin ameliorarea scăderii rezistenţei la rupere — în majoritatea variantelor de policondensare în IR — datorită şi duratei mai scurte a procesului de policondensare.

4. Posibilitatea alegerii unei tehnologii optime de tratare neşifonabilă cu policondensare în prezenţa radiaţiilor IR, pentru fiecare catalizator.

Primită la 27 noiembrie 1979

Institutul politehnic, Iaşi,
Catedra de tehnologie chimică
a produselor textile, pielii şi
înlocuitorilor

BIBLIOGRAFIE

1. Veaute G., Teintex, *11*, 751–765 (1969).
2. Dorset B., The Textile Manufacturer, *1132*, 156–162 (1969).
3. Petersenn H., Textilveredlung, *2*, 58–74 (1977).
4. Chabert B., Teintex, *12*, 623–631 (1968).
5. Veaute G., Teintex, *12*, 821–841 (1969).
6. Wayland R., American Dyestuff Reporter, *11* (1960).
7. Willock C., Rayonne, Fibranne et Fibres synthétiques, *7* (1968).
8. Veaute G., Teintex, *1*, 3–15, (1970).
9. Vălu F., *Procedee, operaţii şi utilaje pentru finisare*. Ed. tehn., Buc., 1976.
10. Vălu F. şi colab. Industria Textilă, *7* (1978).
11. Henno J., Bulletin I.T.F., **90**, 95–100 (1960).

RESEARCHES FOR CREASE-PROOF ON CELLULOSIC TEXTURES TYPE COTTON AND SILK BY POLYCONDENSATION IN A FIELD OF INFRA RED RADIATIONS

(Summary)

Comparative researches of the clasical procedure and in the presence of Infra Red radiations, by crease proof treating in many variable kinds of work and in the presence of various catalysts, for textures cotton and silk type, results in obvious advantages for the new procedure with IR radiations. The necessary time reduces 4 ... 5 min to 30 sec, the temperature from 140 to 110°C, the textile fibers being preserved together with the increasing values of the return angles from creasing.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

D.K. 677.84

QUALITÄTSTESTEN VON FARBSTOFFEN DES COTTESTREN-TYPUS, DIE DURCH VERARBEITUNG-MISCHEN ERHALTEN WURDEN

VON

TANIA FORST, ELENA ILIESCU und SAVEL IFRIM

1. Über Farbstoffdispersionen. Die Küpen- und Dispersfarbstoffe, die Gemenge dieser beiden (Farbstoffe von Cottestrentypus), die Pigmente benötigen wegen ihrer Unlöslichkeit oder einer äusserst begrenzten Wasserlöslichkeit bei ihrer Verarbeitung eine besondere Veredlung, das sogenannte „Finish", welches ihnen einen hohen Verteilungsgrad, eine grosse Wasserdispersionsfähigkeit und eine entsprechende Stabilität der Dispersionen verleichen soll. Die mittlern Ausmasse der fein verteilten Farbstoffpartikeln betragen cca 1 m oder sogar weniger (bis ungefähr 0,1 m). Um einen solcher Verteilungsgrad zu erhalten, fügt man bei der Herstellung der Farbstoffe geeignete dispersions- und Kolloidschutzmittel zu.

Der bei der Synthese anfallende Rohfarbstoff erscheint in Form von groben Kristallen, welche durch Mahlen und Malaxieren in Gegenwart von Hilfstoffen zerkleinert und auf möglichst einheitliche dimensionen reduziert werden. Die Dispersiermittel dringen in die submikroskopischen Haarrisse der Farbstoffteilchen ein und begünstigen die Loslösung von Primärpartikeln ; gleichzeitig bilden sie um jedes Teilchen ein Schutzhülle, welche Agglomerationen verhindert. Die Dispersiermittel sichern auch eine optimale Viskosität, die für den Zerkleinerungvorgang und die Stabilität der Dispersionen nötig ist [1].

Die Farbstoffdispersionen sind heterogene, diskontinuierliche Systeme, in welchen die dispergierte Substanz in fein verteilter Form in einer andern Substanz vorliegt, welch letztere das Dispersionsmedium vorstellt. Die Farbstoffdispersionen können als Dispersionskolloide oder nach Staudinger als lyophobe Kolloide angesehen werden [2].

Vom Thermodynamischen Standpunkte aus geshen befinden sich die Dispersionskolloide und also auch die Farbstoffdispersionen in einem metastabilen Zustand ; sie zeigen Ablagerungs- (Abscheidungs-) oder aber auch Aggregations-Tendenzen der Teilchen. Dieser Vorgang ist spontan und läuft gleichzeitig mit der Verringerung der freien Energie ab.

Die Prozesse der Partikelaggregation oder der Dispersionszerstörung werden häufig Flockung, Koagulieren, Koaleszens gennant. In der Farbstoffchemie haben sich zur Charakterisierung der Teilchengrösse die Ausdrücke Agglomeration und Aggregation eingebürgert.

Unter Agglomeration verstehet man eine lockere Assoziation der dispergierten Teilchen unter Bildung von Agglomeraten, bei welchen die Primärpartikeln individualisiert bleiben und redispergierbar sind.

Die Aggregation ist die zweite Phase des Partikelwachstums ; die Teilchen haften aneinander durch engen Kontakt ; die Vereinigung der festen Partikeln bis zum direkten Kontakt nennt man Koaleszens [3]. Die Dispersionsmittel und die Schutzkolloide verhindern eine solche Vereinigung durch Ausbildung von Scutzhüllen, elastischen Schutzschichten um dieselben, wodurch die Dispersionsstabilität begünstigt wird.

Der metastabile Zustand der Dispersionen ist durch die grosse Oberfläche der Teilchen im Verhältnis zu ihrem Gesamtvolumen bedingt. Die Teilchen trachten durch Vereinigung die spezifische Oberfläche zu verkleinern. Die Stabilität einer Dispersion entspricht dem Ausmasse in welchem die Abstossungskräfte jene der Anziehung überschreiten.

Untersuchungen über die Abhängigkeit der Dispersionsstabilität von der Partikelgrösse und vom Oberflächenpotential haben gezeigt, dass die Stabilität monodisperser Systeme grösser ist als die Stabilität von Systemen deren Raden und Flächenpotentiale nach einer GAUSSschen Verteilung variieren.

Die Faktoren, die zum Abbau der Farbstoffdispersionen führen sind : erhöhte Temperatur, elektrische Felder, Phasenveränderungen der Dispersionen, zum Beispiel Kristallwachstum, Formveränderung derselben.

Unter Feindispersion versteht man das Partikelnspektrum, d.h. die Verteilung der individuellen Teilchengrösse des Farbstoffes. Ein Farbstoff von gutter Feindispersion enthält wenige grobe Partikeln, hingegen besitzt er ein breites Spektrum von kleinen Teilchen.

Eine dispersion entspricht nicht, wenn der Anteil an groben Farbstoffpartikeln gross ist. Diese Teilchen können zahlreiche Schwierigkeiten während des Färbens oder Druckens zur Folge haben, unter andern bei den bekannten Pigmentationen der Thermosolfärbung.

Da der Erzeuger von Farbstoffen von der Voraussetzung ausgehen muss, dass seine Erzeugnisse nach verschiedenen Verfahren angewendet werden, ist es nötig, während der Produktion die Einhaltung einer bestimmten Verteilung der Farbstoffpartikeln zu verfolgen. Desgleichen müssen die Farbstoffe während des Transportes oder der Lagerung in Gewissen Zeitabschnitten auf den Zustand der Dispersion getestet werden.

2. Testmethoden der Farbstoffdispersionen [1]. Von den üblichen Verfahren sein zitiert :

2.1. *Sedimentationstest,* der ohne Spezialapparatur zu benötigen, durch die Einwirkung von Schwerkraft auf eine Wässrige Farbstofflösung während einer bestimmten Zeit durchgeführt wird. Im untern Teil des Gefässes werden sich die Teilchen von grössern Dimensionen absetzen durch Probeziehen aus verschiedenen Bereichen des Gefässes und Kolorimetrieren erhält man Informationen über die Konzentration von Partikeln verschiedener Ausmasse.

2.2. *Vakuumfiltrationstest* wird in der Praxis viel verwendet. Der Dispersionsgrad des Farbstoffes kann nach der Durchgangsdauer einer bestimmten Menge wässriger Dispersion oder durch Prüfung des verwendeten Filtrierpapieres geschätzt werden.

2.3. *Filtriertest* ist eine schneller und genügend aufschlussreicher Test zur Bestimmung des Zerkleinerungsgrades eines Farbstoffes. Ein Dispersions- ein Küpenfarbstoff oder ein gut zerkleinertes Gemisch wird gleichförmig auf einem Filtrierpapier verteilt, so dass man nicht mehr die Tropsfstelle vom Rest der umgebenden gefärbten Fläche unterscheiden kann.

2.4. *Kochtest.* Sowohl der Filtrationstest wie auch der Fliesstest können an einer Farbstoffdispersion angestellt werden, die vorher einem Kochen unter der Bedingungen der Färbung, aber in Abwesenheit des Textilstoffes, unterworfen wurde.

3. **Experimenteller Teil.** In der vorliegenden Arbeit wurden vier Farbstoffe vom Cottestrentypus getestet, welche durch Verarbeitung-Mischen unter bestimmten Laboratoriumsbedingungen angefallen waren. Zur Bestimmung der Dispersionsstabilität wurde ein abgeänderter Sedimentationstest verwendet, der vergleichsweise auch an Cottestren-Farbstoffen ausgeführt wurde.

Die ursprüngliche Arbeitsmethode besteht in der kolorimetrischen Konzentrationsbestimmung von acht Zonen einer Dispersion von 5 g Farbstoff/l, auf welche die Schwerkraft 24 Stunden lang einwirkt. Zur Illustration des rheologischen Verhaltens der Dispersion wurde der Test von uns dahin abgeändert dass die Bestimmungen nach der Zeit Null, nach 6 bzw. 24 Stunden aussgeführt wurden ; in letzteren Fall wurde vorher gerührt.

Aus dem Verlauf der Schaubilder 1... 3, welche den gelben Farbstoff kennzeichnen, lässt sich entnehmen, dass beim getesteten Farbstoff die Konzentrationsunterschiede zwischen den Zonen unabhängig von der Lagerzeit sehr gering sind. Man stellt fest, dass bei der Zeit Null der getestete Farbstoff homogener erscheint als der Vergleichsfarbstoff.

Der scharlachfarbene Farbstoff verändert den Verteilungsgrad der Teilchengrösse nach einer Lagerzeit von 6 Stunden, kommt aber zur Aus-

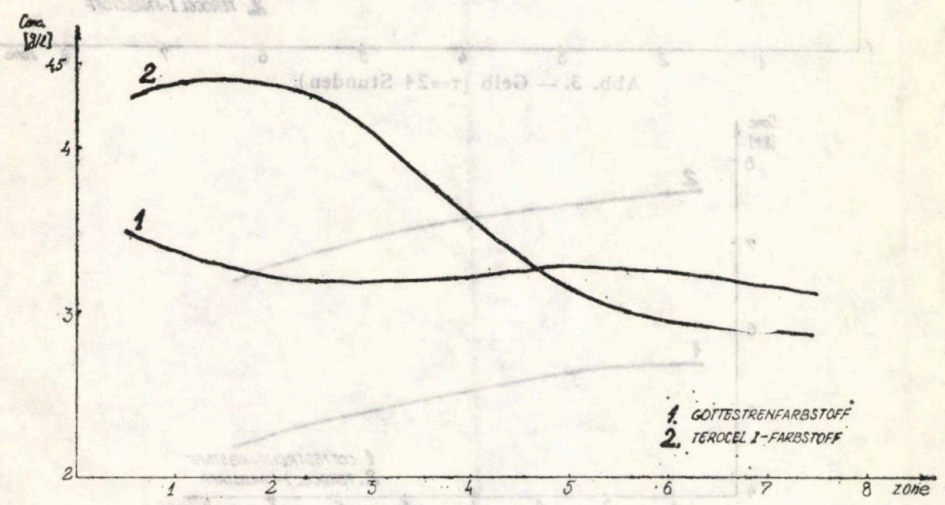


Abb. 1. — Gelb (τ=0).

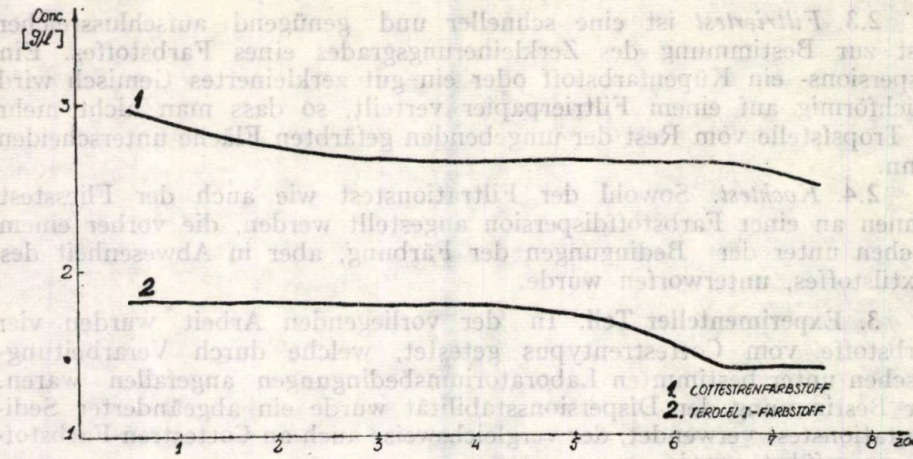


Abb. 2. — Gelb (τ=6 Stunden).

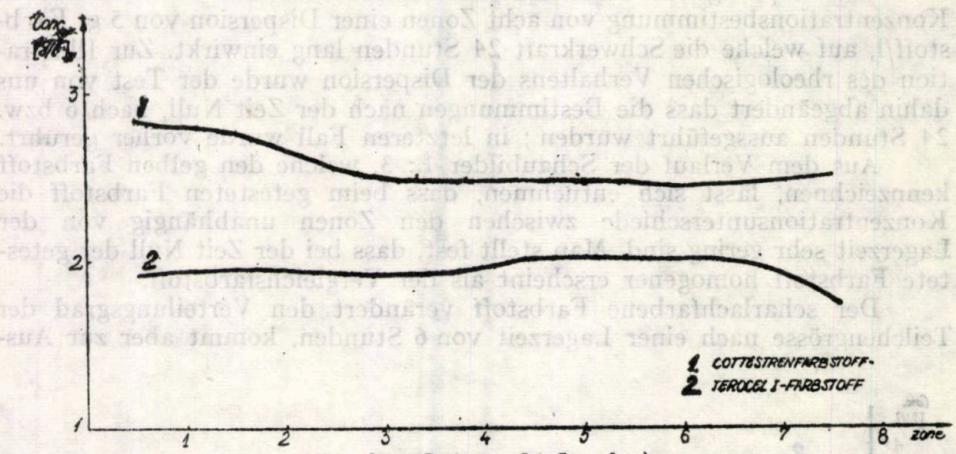


Abb. 3. — Gelb (τ=24 Stunden).

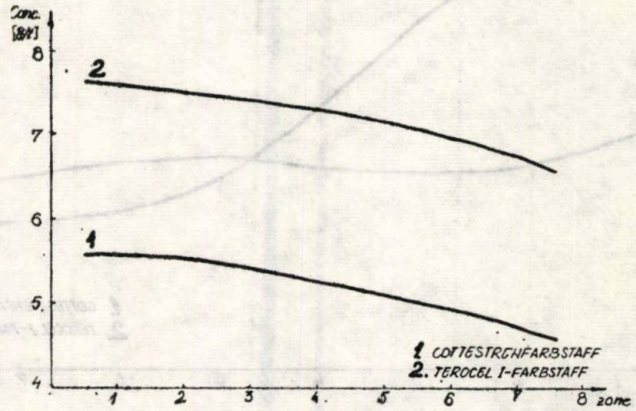


Abb. 4. — Scharlach(τ=0).

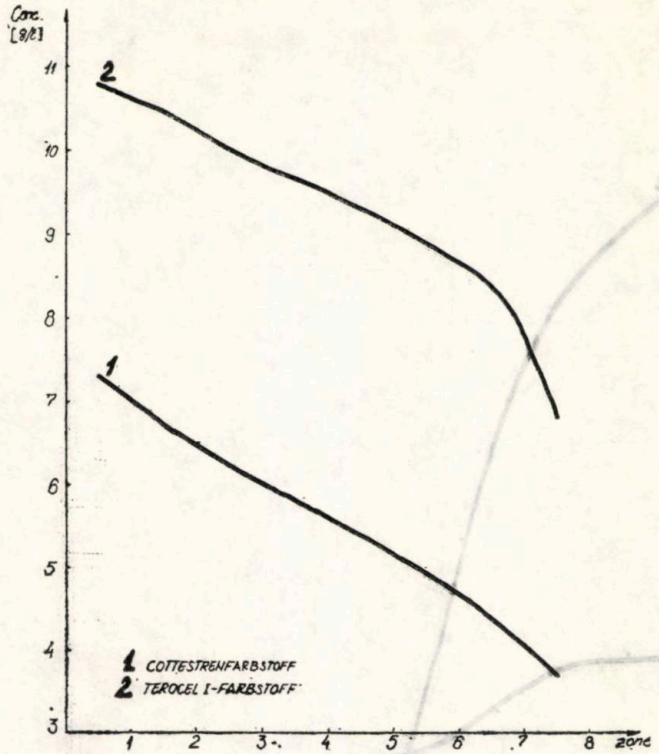


Abb. 5 — Scharlach (τ=6 Stunden)

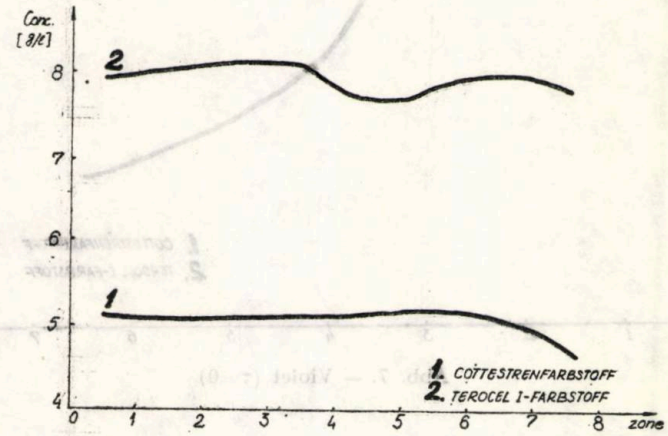


Abb. 6. — Scharlach (τ=24 Stunden).

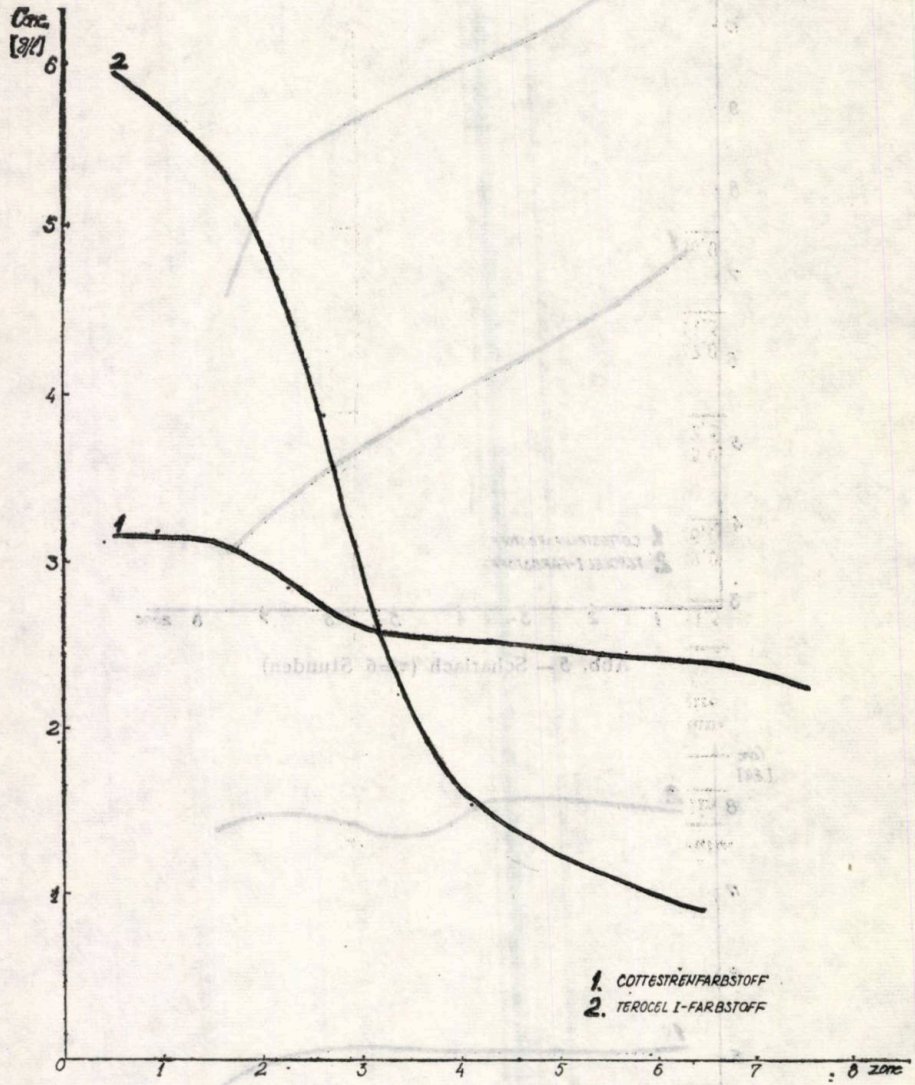


Abb. 7. — Violet ($\tau=0$)

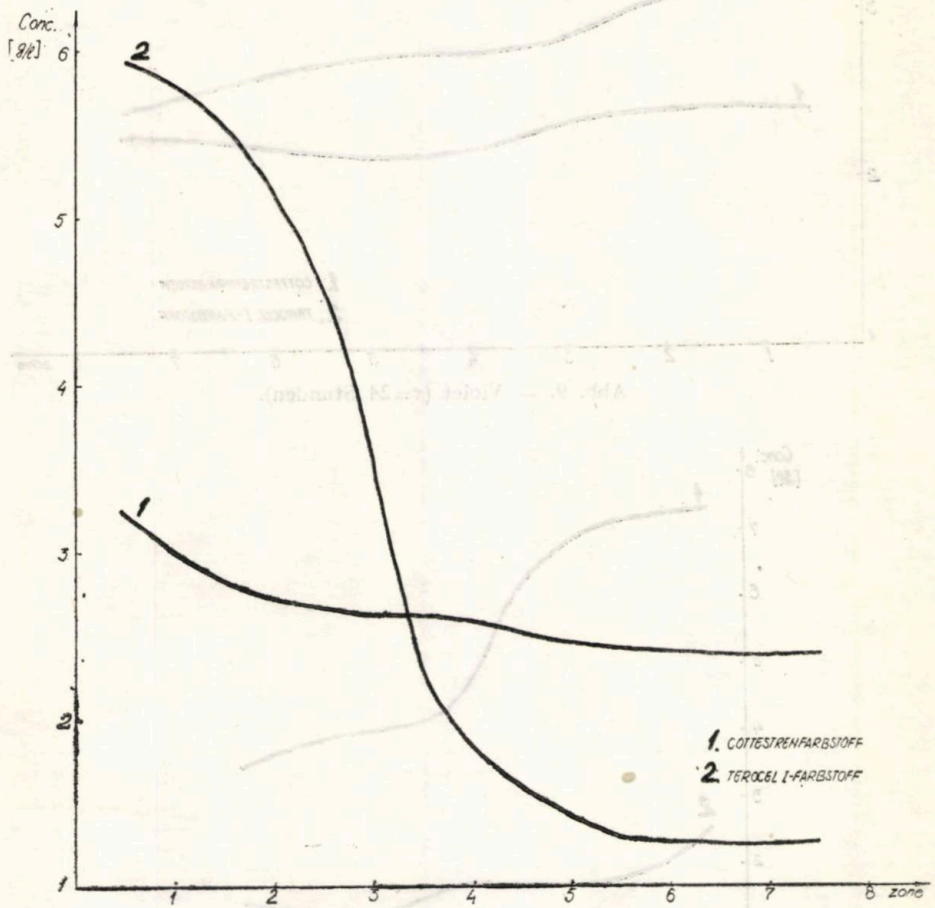


Abb. 8. — Violet (τ=6 Stunden).

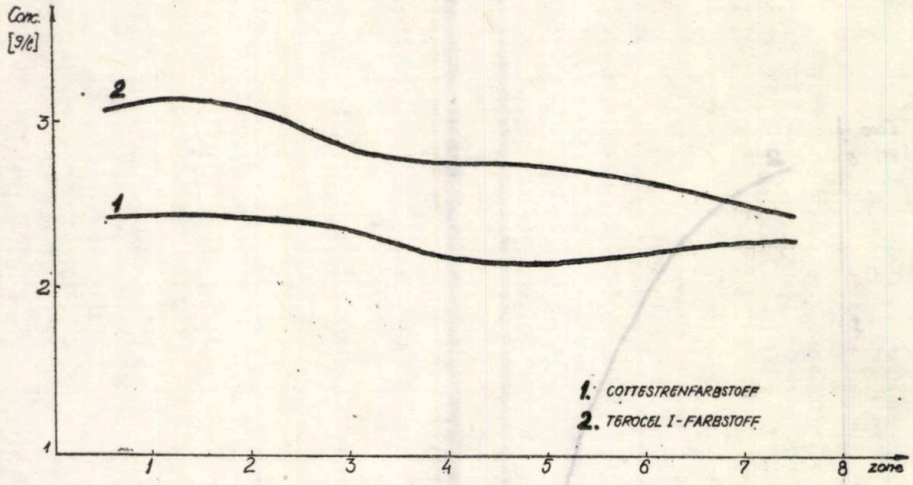


Abb. 9. — Violet (τ=24 Stunden).

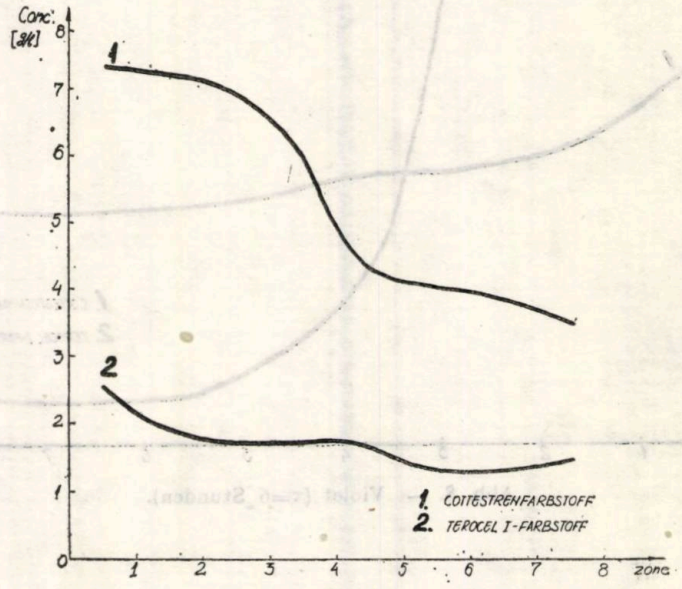


Abb. 10. — Blau (τ=0).

gangsform zurück, wenn gerührt wird ; dies geschieht selbst nach einer Lagerung von 24 Stunden (Abb. 4...6).

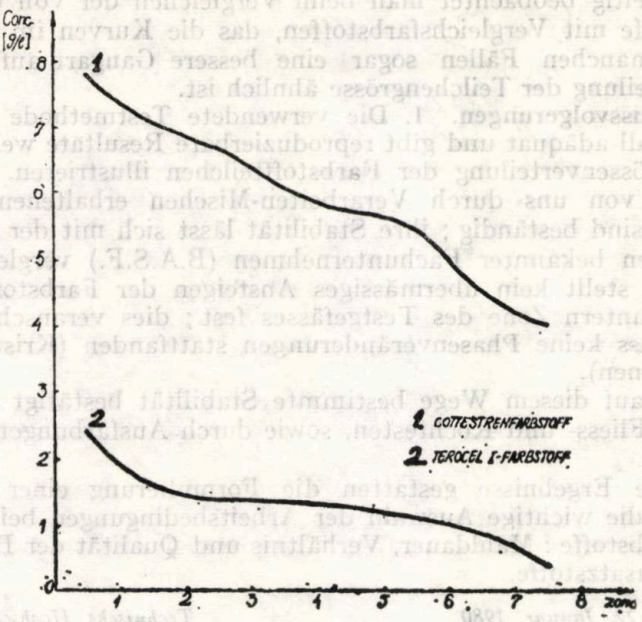


Abb. 11. — Blau (τ=6 Stunden).

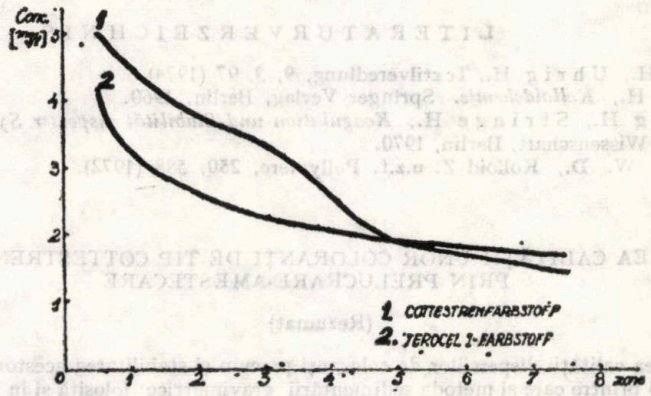


Abb. 12. — Blau (τ=24 Stunden).

Der violette Farbstoff weist bei der Zeit Null sehr grosse Unterschiede zwischen den Zonen auf ; gleichzeitig sind diese Konzentrationsunterschiede, wie zu erwarten war, auch bei einer Lagerzeit von 6 Stunden gross. Durch Rühren aber erreicht man nach einer Lagerung von 24 Stunden eine fast vollkommene Homogenisierung der Konzentrationen in den Zonen (Abb. 7...9).

Der blaue Farbstoff ist wie auch der gelbe homogener als der Vergleichsfarbstoff ; dies gilt für alle drei Schaubilder (Abb. 10...12).

Gleichzeitig beobachtet man beim Vergleichen der von uns erhaltenen Farbstoffe mit Vergleichsfarbstoffen, das die Kurven im allgemeinen dieselbe, in manchen Fällen sogar eine bessere Gangart aufzeigen, dass also die Verteilung der Teilchengrösse ähnlich ist.

4. Schlussvolgerungen. 1. Die verwendete Testmethode ist in dem gegebenen Fall adäquat und gibt reproduzierbare Resultate welche quantitativ die Grössenverteilung der Farbstoffteilchen illustrieren.

2. Die von uns durch Verarbeiten-Mischen erhaltenen Farbstoffdispersionen sind beständig ; ihre Stabilität lässt sich mit der von Cottestrenfarbstoffen bekannter Fachunternehmen (B.A.S.F.) vergleichen.

3. Man stellt kein übermässiges Ansteigen der Farbstoffkonzentration in der untern Zone des Testgefässes fest ; dies veranschaulicht den Umstand, dass keine Phasenveränderungen stattfanden (Kristalisationen, Agglomerationen).

4. Die auf diesem Wege bestimmte Stabilität bestätigt die bei den Filtrations-, Fliess- und Kochtesten, sowie durch Ausfärbungen erhaltenen Resultate.

5. Diese Ergebnisse gestatten die Formulierung einer Schlussfolgerung über die wichtige Auswahl der Arbeitsbedingungen bei der Erzeugung der Farbstoffe : Mahldauer, Verhältnis und Qualität der Bestandteile, Natur der Zusatzstoffe.

Eingegangen am 22. Januar, 1980

Technische Hochschule, Jassy,
Lehrstuhl von Textilveredlung

LITERATURVERZEICHNIS

1. Leuke H., Uhrig H., Textilveredlung, 9, 3, 97 (1974).
2. Stauff H., *Kolloidchemie.* Springer Verlag, Berlin, 1960.
3. Sonntag H., Stringe H., *Koagulation und Stabilität disperser Systeme.* Verlag des Wissenschaft, Berlin, 1970.
4. Cooper W. D., Kolloid Z. u.z.f. Pollymere, 250, 588 (1972).

TESTAREA CALITĂŢII UNOR COLORANŢI DE TIP COTTESTREN OBŢINUŢI PRIN PRELUCRARE-AMESTECARE

(Rezumat)

Testarea calităţii dispersiilor de coloranţi precum şi stabilitatea acestora poate fi făcută pe diverse căi printre care şi metoda sedimentării gravimetrice folosită şi în lucrarea de faţă, cu unele modificări.

Cei patru coloranţi testaţi, coloranţi de tip Terocel I obţinuţi de autori, prezintă dispersii stabile şi o bună distribuţie a mărimii particulelor, în comparaţie cu coloranţii de tip Cottestren.

Testul sedimentării, corelat cu alte încercări (probele de curgere, fierbere, vopsire), ilustrează alegerea corectă a componentelor amestecurilor şi a condiţiilor de obţinere a acestora.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

C. Z. 677.66

CERCETĂRI PRIVIND VARIAŢIA DIAMETRULUI APARENT AL FIRELOR POLIESTERICE TEXTURATE ÎN TIMPUL PROCESULUI DE TRICOTARE

DE

OTILIA MÂLCOMETE, MIRCEA MATEESCU, RODICA BUDULAN şi MARIANA BORŞ

1. Obiectivele cercetărilor. În timpul procesului de tricotare, firul este supus unui complex de solicitări de : întindere, încovoiere, forfecare şi torsiune, dintre care dominante sînt totuşi solicitările de întindere şi forfecare. În drumul său de la formatul de alimentare pînă în zona de formare a ochiurilor, firul vine în contact direct cu organe de conducere şi organe de formare a ochiurilor, suferind solicitări de intensitate şi natură diferită, care produc în primul rînd modificarea diametrului, deci, implicit şi a fineţii, iar dacă solicitările sînt prea mari apar modificări de rezistenţă.

Literatura de specialitate stabileşte ca plafon pentru aceste solicitări limitele elastice, în vederea evitării apariţiei deformaţiilor plastice şi a scăderii rezistenţei firelor. În practică se întîlnesc adesea situaţii de rupere a firului datorită neuniformităţii de fineţe şi a solicitărilor prea mari. Aceste ruperi cauzează apariţia unor defecte importante în tricot şi scăderea producţiei maşinilor prin timpii de staţionare necesari lichidării defecţiunii.

Cercetarea influenţei intensităţii şi tipului solicitării asupra diametrului firului este necesară pentru efectuarea calculelor de proiectare funcţională şi tehnologică a tricoturilor, deoarece toate relaţiile de calcul al parametrilor de structură şi parametrilor tehnologici se bazează pe determinarea în primă instanţă a valorilor diametrului firelor.

2. Metodologia experimentărilor. Cercetările efectuate au vizat stabilirea influenţei intensităţii solicitărilor la care sînt supuse firele în timpul tricotării, în ipoteza cuprinderii acestora în domeniul elastic, asupra diametrului aparent al firului d.

Determinarea acestor valori a făcut posibilă obţinerea coeficienţilor pentru calculul diametrului aparent al firului.

Luînd în studiu familia firelor poliesterice texturate : poliester clasic (PES), poliester cu structură modificată (copoliester poliglicol, cu DMI, cu DMA), poliester SET, iar ca martor folosind firul de import Trevira, din curbele efort-alungire au fost determinate limitele elastice, de curgere şi de rupere şi au fost stabilite în cadrul domeniului elastic (100...150 cN) ca trepte de solicitări progresive valorile de 25, 50, 75 şi 100 cN. Toate firele cercetate fiind de fineţe 16,7 tex s-a folosit ca sarcină de pretensionare o greutate de 4 cN.

Variaţia diametrului firului sub acţiunea unor eforturi crescătoare în trepte a fost cercetată cu ajutorul unui dispozitiv care a făcut posibilă simularea unor poziţii caracteristice din timpul tricotării :

a) poziţia *I* — întindere simplă ;

b) poziţia *II* — întindere cu abatere peste un organ de conducere sub un unghi de 90° de rază de curbură $r_{c1} = 5{,}73$ mm şi $r_{c2} = 0{,}47$ mm ;

c) poziţia *III* — întindere în buclă cu unghi de înfăşurare de 180° ;

d) poziţia *IV* — întindere în buclă cu unghi de înfăşurare de 90°.

Măsurarea diametrului firului s-a făcut cu ajutorul unui stereomicroscop cu micrometru ocular cu putere de mărire suficientă (416 ori) asigurării preciziei. S-au efectuat cîte 50 de măsurători pentru fiecare tip de fir, tip de poziţie şi sarcină. Pentru obţinerea rezultatelor s-au prelucrat statistic datele prin calculul următorilor parametri : media, abaterea, neregularitatea, coeficientul de variaţie şi dispersia.

3. Rezultatele cercetărilor. Astfel, pentru poziţia *I* s-au făcut măsurători de diametru pentru firul în stare liberă pretensionat cu 4 cN şi apoi supus unor tensiuni crescătoare. Valorile au fost prelucrate statistic, rezul-

Proba	Parametri	Poziţia *I*					Poziţia *II*					
							Γ_{c_1}					
		4 cN	25 cN	50 cN	75 cN	100 cN	4 cN	25 cN	50 cN	75 cN	100 cN	4 cN
Pes	d mm	0,22	0,155	0,14	0,122	0,119	0,154	0,103	0,079	0,071	0,066	0,11
	c	1,701	1,198	1,082	0,943	0,92	—	—	—	—	—	—
	γ g/cm³	0,44	0,886	1,086	1,43	1,501	—	—	—	—	—	—
	l_a	—	—	—	—	—	—	0,668	0,512	0,461	0,428	—
Set	d mm	0,234	0,16	0,139	0,123	0,11	0,14	0,088	0,072	0,066	0,057	0,101
	c	1,809	1,237	0,984	0,951	0,85	—	—	—	—	—	—
	γ g/cm³	0,389	0,831	1,312	1,407	1,759	—	—	—	—	—	—
	l_a	—	—	—	—	—	—	0,628	0,514	0,471	0,407	—
Trevira	d mm	0,308	0,204	0,163	0,157	0,14	0,16	0,116	0,099	0,088	0,083	0,115
	c	2,381	1,577	1,26	1,214	1,082	—	—	—	—	—	—
	γ g/cm³	0,224	0,511	0,801	0,863	1,086	—	—	—	—	—	—
	l_a	—	—	—	—	—	—	0,725	0,618	0,55	0,518	—
Copoli-ester Poli-glicol	d mm	0,199	0,149	0,134	0,124	0,122	0,137	0,112	0,09	0,082	0,079	0,098
	c	1,538	1,152	1,034	0,958	0,943	—	—	—	—	—	—
	γ g/cm³	0,537	0,959	1,185	1,384	1,43	—	—	—	—	—	—
	l_a	—	—	—	—	—	—	0,817	0,656	0,598	0,576	—
Copoli-ester DMA	d mm	0,242	0,172	0,154	0,125	0,123	0,136	0,099	0,088	0,08	0,078	0,095
	c	1,871	1,330	1,19	0,966	0,951	—	—	—	—	—	—
	γ g/cm³	0,363	0,719	1,129	1,362	1,407	—	—	—	—	—	—
	l_a	—	—	—	—	—	—	0,727	0,647	0,588	0,573	—
Copoli-ester DMI	d mm	0,237	0,156	0,14	0,132	0,125	0,143	0,099	0,086	0,081	0,076	0,108
	c	1,832	1,206	1,082	1,02	0,966	—	—	—	—	—	—
	γ g/cm³	0,379	0,875	1,086	1,222	1,362	—	—	—	—	—	—
	l_a	—	—	—	—	—	—	0,692	0,601	0,566	0,551	—

tatele fiind centralizate în tabelul 1. S-a observat că prin creşterea solicitării dispersiile scad, firul devenind mai uniform din punct de vedere al diametrului.

În fig. 1 este prezentată grafic variaţia diametrului diferitelor tipuri de fire cu intensitatea solicitării. Graficele pun în evidenţă modificări importante ale diametrului între starea liberă şi cea de solicitare. Se observă de asemenea că intervalul 50...75 cN este optim prelucrării, deoarece valoarea diametrului atinge un nivel apropiat de minim, cu variaţii într-un interval restrîns.

Poziţia *II* (fig. 2) a fost studiată pentru două valori diferite ale razei de curbură a organului de abatere. Aceleaşi calcule au fost efectuate şi pentru acest caz. Rezultatele reprezentate grafic (fig. 2) pun în evidenţă influenţa mărimii razei de curbură, care cu cît este mai mică cu atît determină o modificare mai mare a diametrului aparent în raport cu poziţia *I* ; la sarcini diferite apar modificări mai mari la trecerea peste organe cu rază de curbură mai mare.

În procesul de formare a ochiurilor, firele trecînd peste organele de abatere îşi schimbă forma secţiunii, aplatizîndu-se. Acţiunea forţelor de

Tabelul 1

Γ_{c_3}				Poziţia *III*					Poziţia *IV*				
25 cN	50 cN	75 cN	100 cN	4 cN	25 cN	50 cN	75 cN	100 cN	4 cN	25 cN	50 cN	75 cN	100 cN
0,092	0,085	0,078	0,072	0,126	0,114	0,103	0,09	0,081	0,096	0,087	0,079	0,075	0,069
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,836	0,772	0,709	0,654	—	0,904	0,817	0,714	0,642	—	0,096	0,822	0,781	0,718
0,084	0,081	0,076	0,068	0,129	0,108	0,101	0,086	0,079	0,107	0,087	0,081	0,076	0,074
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,831	0,801	0,752	0,673	—	0,837	0,782	0,666	0,612	—	0,813	0,757	0,710	0,691
0,093	0,081	0,075	0,072	0,130	0,102	0,084	0,075	0,069	0,105	0,087	0,08	0,077	0,070
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,808	0,704	0,652	0,626	—	0,784	0,646	0,576	0,53	—	0,828	0,761	0,733	0,666
0,083	0,078	0,074	0,068	0,133	0,115	0,093	0,082	0,073	0,103	0,094	0,085	0,075	0,069
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,849	0,795	0,755	0,693	—	0,864	0,699	0,616	0,548	—	0,912	0,825	0,728	0,669
0,085	0,078	0,072	0,067	0,119	0,104	0,094	0,082	0,076	0,106	0,094	0,089	0,082	0,074
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,894	0,821	0,757	0,705	—	0,873	0,789	0,689	0,638	—	0,886	0,839	0,773	0,698
0,102	0,08	0,083	0,074	0,135	0,108	0,103	0,086	0,072	0,107	0,088	0,082	0,077	0,066
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0,944	0,824	0,768	0,685	—	0,80	0,762	0,637	0,533	—	0,823	0,766	0,719	0,616

compresiune transversală produce deformarea secțiunii firelor, aria totală a firului scăzînd prin ocuparea spațiilor libere dintre filamente. Notînd d_a diametrul firului aplatizat se poate calcula un indice de aplatizare

$$I_a = \frac{d_a}{d}. \tag{1}$$

În fig. 3 este prezentată variația indicelui de aplatizare I_a cu sarcina (numai pentru firele PES deoarece variația este similară și pentru celelalte categorii de fire) punîndu-se în evidență valorile minime obținute pentru poziția *II* pentru r_{c1} și gruparea valorilor pentru celelalte cazuri.

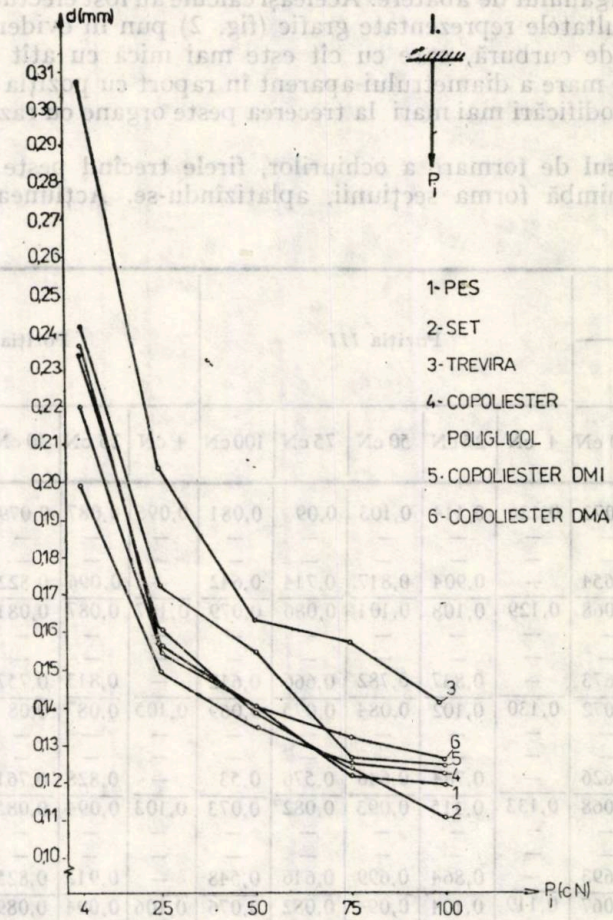


Fig. 1

Încovoierea firului pe organe cu rază de curbură foarte mică (r_{c2}) poate duce la solicitări importante ale părții exterioare sau interioare a firului, solicitări care uneori pot depăși domeniul elastic. S-a calculat alungirea și respectiv contracția relativă a părții exterioare și interioare obținînd valori de 6...10%.

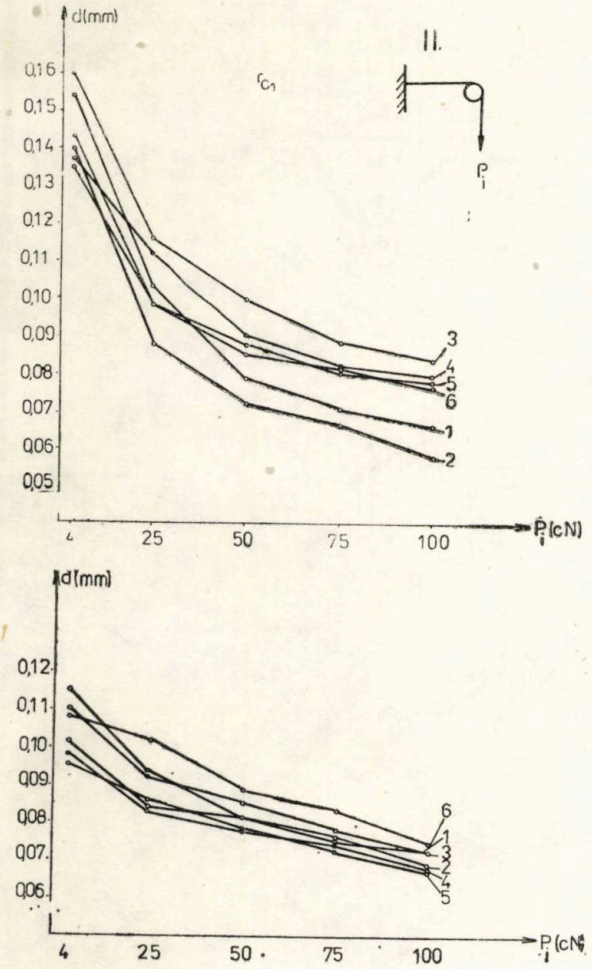


Fig. 2

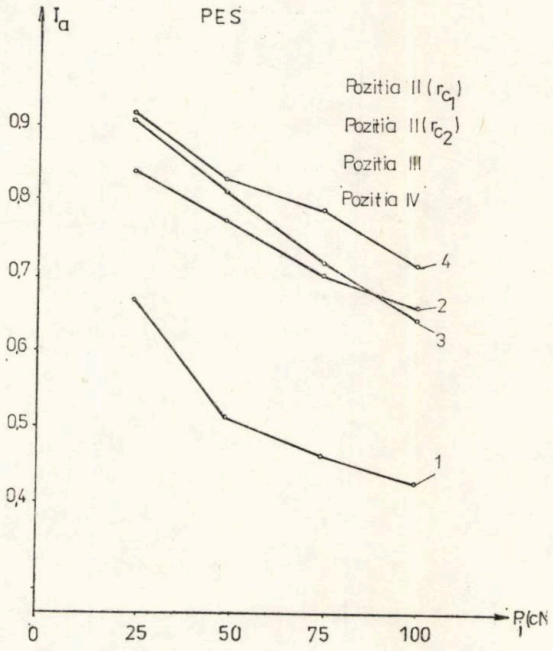


Fig. 3

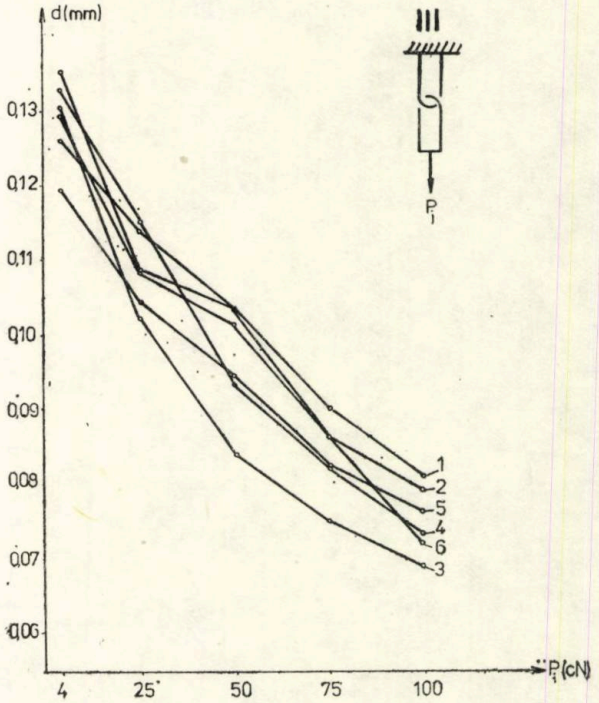
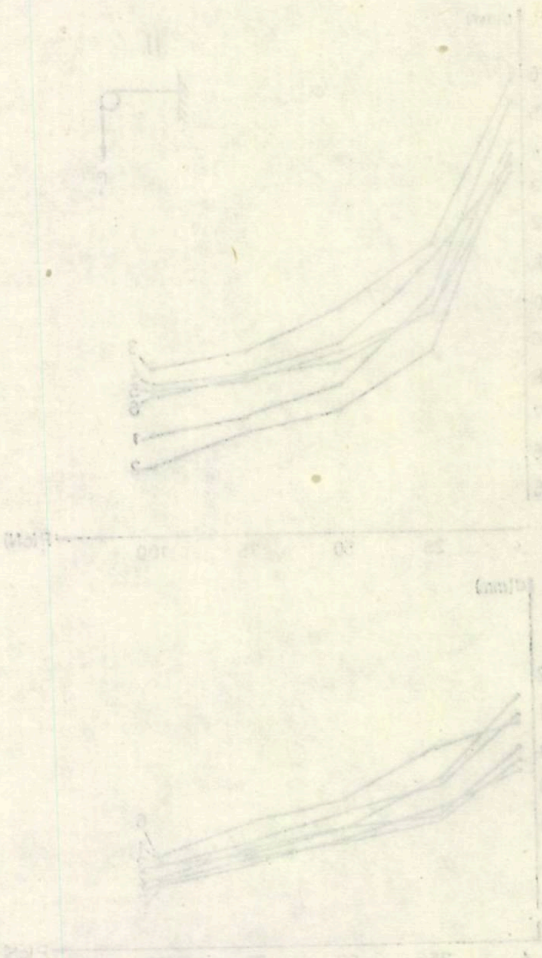
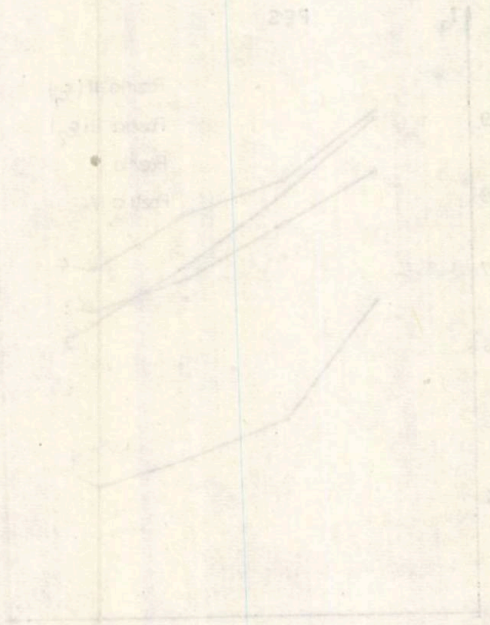


Fig. 4





Pentru poziția *III* (fig. 4) variația diametrului este aproape liniară, cu o oarecare stabilizare în intervalul 50...75 cN, iar pentru poziția *IV* (fig. 5) se constată o evoluție aproape identică a graficelor pentru toate categoriile de fire. Aceste două poziții prezintă un deosebit interes deoarece simulează punctele de legare a firelor în structuri.

Pentru toate cele patru poziții, din grafice rezultă valori mai mari ale diametrului la firele Trevira, care au voluminozitate mai mare.

În tabelul 1 sînt centralizate valorile rezultate pentru toate cazurile studiate.

Pentru poziția *I*, cunoscînd valorile diametrului aparent s-au calculat coeficienții c din relația teoretică de calcul a diametrului firului, $d = c\sqrt{\text{tex}}/31{,}6$, unde $c = 2/\sqrt{\pi\gamma}$, deci

$$(2)\ c = \frac{31{,}6\,d}{\sqrt{\text{tex}}} \text{ și } \gamma = \frac{4}{\pi c^2}.$$

Valorile lui c și γ (masa specifică a firului) sînt prezentate în tabelul 1 ; pe baza lor au fost trasate diagramele de variație prezentate în fig. 6.

Variația caracteristică a celor doi parametri a permis delimitarea valorilor c și γ pentru sta-

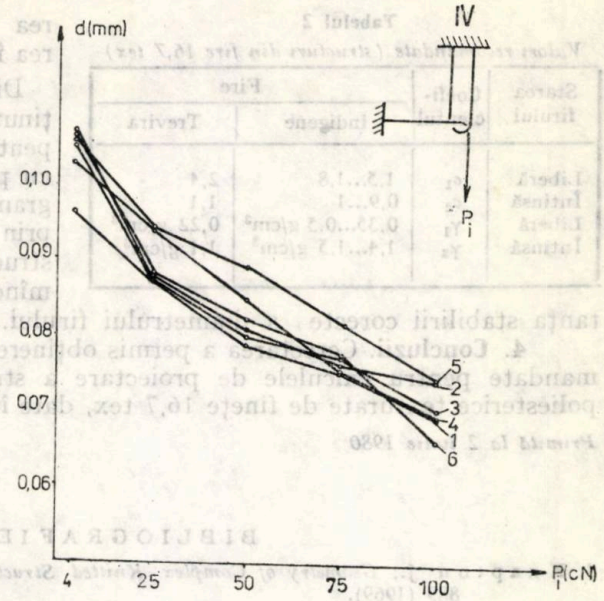


Fig. 5

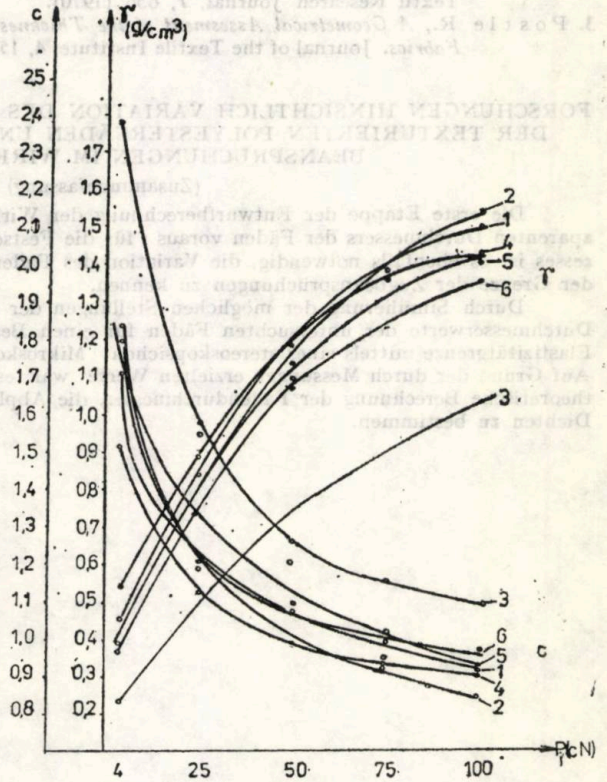


Fig. 6

Tabelul 2

Valori recomandate (structuri din fire 16,7 tex)

Starea firului	Coeficientul	Fire	
		indigene	Trevira
Liberă	c_1	1,5...1,8	2,4
Întinsă	c_2	0,9...1	1,1
Liberă	γ_1	0,35...0,5 g/cm^3	0,22 g/cm^3
Întinsă	γ_2	1,4...1,5 g/cm^3	1,1 g/cm^3

rea liberă ($P_i = 4$ cN) şi starea întinsă ($P_i = 50$ ...75 cN).

Din firele cercetate au fost obţinute tricoturi în structură glat, pentru care s-au preluat datele cu privire la diametru din diagrame şi apoi s-au determinat prin calcul ceilalţi parametri de structură, rezultatele confirmînd prin exactitate importanţa stabilirii corecte a diametrului firului.

4. **Concluzii.** Cercetarea a permis obţinerea unor valori ce pot fi recomandate pentru calculele de proiectare a structurilor obţinute din fire poliesterice texturate de finete 16,7 tex, date în tabelul 2.

Primită la 2 iunie 1980

Institutul politehnic, Iaşi,
Catedra de tricotaje—confecţii

BIBLIOGRAFIE

1. Knapton J., *Geometry of Complex Knitted Structures.* Textil Research Journal, **9**, 889 (1969).
2. Postle R., Shanahan W., *A Theoretical Analysis of the Plainknitted Structures.* Textil Research Journal, **7**, 656 (1970).
3. Postle R., *A Geometrical Assesment of the Thickness and Bulk Density of Weft-knitted Fabrics.* Journal of the Textile Institute, **4**, 155 (1974).

FORSCHUNGEN HINSICHTLICH VARIATION DES APARENTEN DURCHMESSERS DER TEXTURIERTEN POLYESTERFÄDEN UNTER DER WIRKUNG DER BEANSPRUCHUNGEN IM WIRKPROZESS

(Zusammenfassung)

Die erste Etappe der Entwurfberechnung der Wirkwaren setzt die Bestimmung des aparenten Durchmessers der Fäden voraus ; für die Festsetzung der Parameter des Wirkprozesses ist es ebenfalls notwendig, die Variation des Fadendurchmessers in Abhängigkeit von der Grenze der Zugbeanspruchungen zu kennen.

Durch Simulierung der möglichen Stellungen der Fäden im Wirkprozess wurden die Durchmesserwerte der untersuchten Fäden für einen Beanspruchungsintervall zwischen der Elastizitätgrenze mittels eines stereoskopsichen Mikroskops mit Mikrometerkopf bestimmt, Auf Grund der durch Messungen erzielten Werte war es möglich die Koeffizienten für die theoretische Berechnung der Fadendurchmesser, die Abplattungskoeffizienten und die realen Dichten zu bestimmen.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

C.Z. 677.494

CERCETĂRI ASUPRA CORELAŢIEI UNOR CARACTERISTICI FIZICE ŞI MECANICE LA FIRE POLIESTERICE TEXTURATE VOPSITE NEUNIFORM[1])

DE

JULIETA HOMUTESCU, OTILIA MÂLCOMETE şi ALEXANDRINA LIUBEC

Firele poliesterice texturate au tendinţa pregnantă de a se vopsi neuniform, fapt ce se manifestă în produsul finit sub forma unor striaţii. Cauzele acestor neuniformităţi sînt numeroase şi ele provin în principal din nerespectarea riguroasă a parametrilor tehnologici din operaţiile de obţinere a firului texturat şi mai puţin ca urmare a unor imperfecţiuni în procesul de vopsire.

Numeroase studii efectuate în acest domeniu au arătat influenţa condiţiilor de etirare, a temperaturii şi tensiunii de texturare, asupra raportului cristalin-amorf din structura firelor şi implicit asupra comportării la vopsire [1] ... [3]. Cu toate că un mare număr de lucrări indică diverse căi de remediere, totuşi încă nu se pot recomanda procese tehnologice de vopsire care să elimine complet apariţia acestor striaţii, atunci cînd se pleacă de la un material cu o structură neuniformă de la o bobină la alta.

În cadrul Combinatului de Fibre Sintetice Iaşi, la sortare, formatele de fire poliesterice texturate care prezintă abateri de la etalonul de culoare, pe baza realizării de tricot ciorap, sînt încadrate la calitatea „J". În lucrarea de faţă s-au luat în studiu bobine din această calitate, ce au fost analizate pentru a pune în evidenţă posibile diferenţe de structură între fire, responsabile de vopsirea lor diferenţiată. S-au studiat 4 culori care dau cel mai frecvent neuniformităţi de vopsire, din fiecare culoare analizîndu-se 7—8 formate încadrate la „J", comparativ cu etalonul. S-au luat 3 culori realizate prin vopsire în baie cu coloranţi de dispersie (82 — bleumarin, 86 — verde, 67 — maro deschis) şi o culoare obţinută prin vopsire în masă (84 — maro închis).

Pe aceste formate au fost efectuate determinări de indici fizici (contracţia la 110°C şi capacitatea de încreţire prin metoda „Tube test") precum şi determinări de indici mecanici din curbele efort-deformaţie, şi anume: modulul de elasticitate E (cN/tex), efortul specific corespunzător limitei de comportare elastică σ_e (cN/tex) şi caracteristicile de rupere σ_r (cN/tex) şi ε_r(%). La formatele etalon şi la cele cu valori maxime şi minime ale lui σ_r din fiecare culoare s-au făcut şi determinări de densitate. Pentru deter-

[1]) Comunicată la Simpozionul tehnico-ştiinţific „Progrese şi perspective în fabricarea şi prelucrarea fibrelor chimice", Săvineşti, 14—18 mai 1980.

minarea cantitativă a culorii s-a folosit calculul remisiei R din cele trei componente cromatice care determină univoc o culoare. În urma calculării gradului de remisie s-a determinat și coeficientul Kubelka-Munk (K/S), indicat de literatură ca fiind recomandat pentru aprecierea diferențelor de nuanță la firele poliesterice [4],

$$K/S = \frac{(1-R)^2}{2R}, \quad (1)$$

unde: R — remisia, K — absorbția luminii, S — împrăștierea luminii.

Valorile obținute pentru mărimile determinate la formatele luate în studiu sînt trecute în tabelele 1, 2 și 3 pentru culorile realizate prin vopsire în baie.

Din aceste date se poate constata posibilitatea realizării în general a unei corelații între o parte din caracteristicile prezentate și anume între unii indici mecanici (σ_r și uneori E), contracția la 110°C, nuanța obținută (R și K/S) și densitate, acolo unde sînt făcute determinări.

Tabelul 1

Caracteristici \ Format	Culoarea 82							
	1	2	3	4	5	6	7	Etalon
E [cN/tex]	287,5	268,3	254,6	280,1	291,6	271,2	281,1	296,8
σ_e [cN/tex]	8,396	8,50	8,732	8,376	8,865	8,734	8,775	8,94
σ_r [cN/tex]	34,64	25,78	32,27	31,97	32,11	33,43	33,16	36,95
ε_r [%]	28,94	20,88	26,26	27,74	24,24	24,2	29,62	28,5
C [%] 110°C	3,60	6,40	5,40	4,9	5,8	5,3	4,0	3,0
C [%] Tube test	7,20	10,40	8,40	8,0	8,8	10,8	10,0	10,8
R [%]	15,52	13,62	14,23	14,40	13,88	14,64	15,22	18,05
K/S	6,79	5,85	6,15	6,23	5,97	6,35	6,64	8,05
ρ [g/cm³]	1,375	1,373	—	—	—	—	—	1,376

Tabelul 2

Caracteristici \ Format	Culoarea 86								
	1	2	3	4	5	6	7	8	Etalon
E [cN/tex]	202,8	229,2	170,1	197,5	215,9	223,3	182,2	153,5	169,4
σ_e [cN/tex]	9,58	9,61	10,09	9,74	9,18	9,39	8,97	8,82	9,37
σ_r [cN/tex]	36,43	34,65	35,36	31,46	35,25	29,31	33,95	37,15	40,42
ε_r [%]	27,3	24,93	24,66	26,06	22,4	22,46	23,13	28,03	28,55
C [%] 110°C	4,2	5,3	4,0	5,6	3,9	6,8	5,25	3,4	3,2
C [%] Tube test	11,2	13,6	13,6	10,4	13,1	10,8	8,8	12,0	11,2
R [%]	29,56	28,07	29,02	28,75	29,88	27,69	28,34	30,28	31,47
K/S	13,80	13,05	13,52	13,36	13,95	12,85	13,18	14,15	14,75
ρ [g/cm³]	—	—	—	—	—	1,373	—	1,377	1,377

Tabelul 3

Caracteristici \ Format	Culoarea 67							
	1	2	3	4	5	6	7	Etalon
E [cN/tex]	245,7	247,5	175,2	171,0	232,9	181,6	178,8	259,0
σ_e [cN/tex]	8,92	8,74	9,02	9,38	9,52	9,73	8,94	9,23
σ_r [cN/tex]	36,76	36,22	37,37	33,24	34,81	33,11	34,16	39,26
ε_r [%]	28,1	27,6	29,16	25,83	24,0	21,33	27,63	28,36
C [%] 110°C	4,35	4,47	4,4	6,0	5,8	6,6	5,6	3,8
C [%] Tube test	10,80	8,8	11,6	13,2	12,0	13,6	12,4	10,8
R [%]	27,32	28,33	28,01	24,20	25,22	24,03	26,04	27,50
K/S	12,67	13,18	13,02	11,12	11,83	11,03	12,04	12,76
ρ [g/cm^3]	—	1,376	—	—	—	1,373	—	1,376

Astfel la culoarea 82 se observă la toate cele 7 formate valori ale tenacității σ_r mai mici decît la proba etalon ; contracțiile sînt mai mari (se ajunge chiar la dublul valorii etalonului) și ca rezultat al acestei structuri afînate, confirmată de valorile mici ale densității, absorbția de colorant este mare (R și K/S au valori mai mici decît ale etalonului).

Aceeași situație se întîlnește și în cazul culorii 86, cele 8 formate de calitate „J" luate în studiu prezentînd toate nuanțe mai închise decît formatul etalon, ca urmare a unei structuri mai amorfe.

În cazul culorii 67 se observă că, deși toate cele 7 formate prezintă rezistențe mai mici și contracții mai mari decît proba etalon, totuși formatele 2 și 3 au pentru remisie valori mai mari (28,33 și 28,01 față de 27,50) avînd deci nuanțe mai deschise decît etalonul, spre deosebire de celelalte formate de calitate „J" luate în studiu.

La culoarea 84 (tabelul 4) realizată prin vopsire în masă, se constată că tenacitatea ia valori unele mai mari și altele mai mici în raport cu proba etalon, neputîndu-se stabili nici o corelație cu contracția. Aceasta prezintă

Tabelul 4

Caracteristici \ Format	Culoarea 84								
	1	2	3	4	5	6	7	8	Etalon
E [cN/tex]	285,7	243,7	228,5	214,7	206,9	254,0	207,3	201,0	215,0
σ_e [cN/tex]	7,93	8,15	7,65	8,10	7,78	7,78	8,0	8,14	7,89
σ_r [cN/tex]	32,56	27,79	33,48	34,16	35,09	25,42	32,82	28,19	33,76
ε_r [%]	27,02	25,04	30,26	25,42	29,36	22,36	29,02	26,48	24,36
C [%] 110°C	5,03	5,84	5,6	5,36	4,83	4,5	4,8	4,1	5,8
C [%] Tube test	8,0	8,8	10,8	10,8	10,4	8,8	10,0	9,2	11,5
R [%]	12,34	12,12	13,23	13,64	13,98	13,89	12,96	13,33	12,02
K/S	5,211	5,10	5,65	5,85	6,02	5,98	5,51	5,70	5,05
ρ [g/cm^3]	—	—	—	—	1,375	1,373	—	—	1,373

în general valori mai mici dar destul de apropiate de cea a etalonului, toate formatele avînd nuanţe mai deschise decît acesta.

Din datele prezentate se constată că în cazul culorilor obţinute prin vopsire în baie cu coloranţi de dispersie, se poate stabili în general existenţa unei corelaţii între cîţiva dintre indicii determinaţi şi anume: tenacitate, contracţie la 110°C, densitate şi absorbţie de colorant. La culoarea realizată prin vopsire în masă corelaţia se menţine numai între contracţie şi intensitatea nuanţei, această deosebire explicîndu-se prin tehnologia diferită de vopsire: în primul caz, colorantul este absorbit diferenţiat în fir funcţie de structura deja existentă, iar în al doilea caz pigmentul este prezent în fir în timpul formării structurii acestuia.

Din studiul valorilor obţinute pentru măsurarea culorii, se desprinde concluzia că o apreciere mai bună a acestei caracteristici se face pe baza datelor de remisie, coeficientul Kubelka-Munk avînd tendinţa de a-şi uniformiza valorile (la culoarea 67, $R_{max} - R_{min} = 4{,}30$ % iar $K/S_{max} - K/S_{min} = 2{,}15$).

Calităţile indiscutabile ale firelor texturate trebuie să determine găsirea de către beneficiari a unor domenii de utilizare adecvate, în stare să atenueze efectele de neuniformitate a vopsirii, aşa cum sînt tricoturile puternic structurate, tricoturile jacquard. De altfel, acolo unde se doresc articole netede, uniforme (la care efectul de striaţii apare deosebit de clar) se poate vopsi cu rezultate foarte bune în bucată, pe maşini jet, avantajele prezentate de vopsirea în fir fiind după cum arată şi literatura [5] tocmai multilateralitatea în desen şi efectele ce pot fi obţinute prin amestecarea de fire diferit colorate.

Primită la 8 octombrie 1980

Institutul politehnic, Iaşi,
Catedra de tricotaje — confecţii

BIBLIOGRAFIE

1. Klein H., Textiles Chimiques, 1, 30 (1972).
2. Von der Eltz H. U., Textilveredlung, 4, 195 (1971).
3. Röhser H., Textil Praxis, 4, 245 (1971).
4. Weinsdoerfer H., Egbers G., Textile Research Journal, 9, 654 (1975).
5. Pester A. J., Whittaker J., Jour. of the Soc. of Dyers and Colourists, 12, 645 (1969).

RECHERCHES SUR LA CORRÉLATION DES CERTAINS CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES ET MÉCANIQUES DES FILS POLYESTERS TEXTURÉS, INÉGALEMENT TEINTURÉS

(Résumé)

Les inégalités des structures présentes dans les fils texturés donnent à la teinture des nuances inégales qui provoquent dans le tricot des striations.

Dans le travail on met en évidence l'existence d'une corrélation directe entre la structure interne du fil, caractérisée par des indices physiques et mécaniques, et son comportement dans la teinture.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAȘI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secția VII
TEXTILE. PIELĂRIE

D.K. 677.022

UNTERSUCHUNGEN ZUR MÖGLICHKEIT DER VERBESSERUNG DES KLASSISCHEN SPINNVERFAHRENS, UNTER VERWENDUNG EINES MITROTIERENDEN SPINNRINGS

VON

LIVIA HARGHEL, MARIANA VÎLCU und MARIANA NECULĂIASA

1. **Vorwort.** Ausgehend davon, dass der ökonomische Hauptindikator einer Spinnmaschine die Produktivität ist, der technologische Indikator hingegen die Fadenbruchfrequenz, muss man zur Lösung des Problems der Optimisierung des Spinnverfahrens das Verhältnis zwischen diesen zwei Messwerten bestimmen, indem das Anspinnen geregelt werden kann. Die allgemeine Tendenz, die Produktion der Spinnmaschinen zu steigern, wird durch den im Laufe des Spinnverfahrens im Faden entstehenden grossen Druck erschwert und steigert die Fadenbruchzahl.

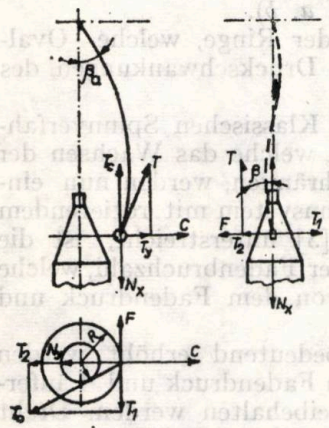


Abb. 1. — Die im Faden entstehenden Spannungen: *a*) Durch die Zentrifugalkraft; *b*) Durch den Luftwiderstand.

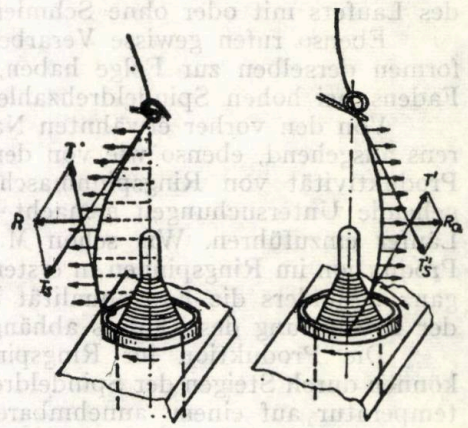


Abb. 2. — Die auf den Läufer in verschiedenen Ebenen sich auswirzenden Kräfte.

Ein entscheidender Einfluss auf die Fadenbruchzahl kommt dem Druck zwischen Läufer und Kops zu, ebenso dem auf den Läufer sich auswirkenden Druck im Abschnitt zwischen Fadenführer und Läufer (Abb. 1), sowie dem Luftwiderstand gegenüber der Drehbewegung des Ballons (Abb. 2).

Wird nun angenommen dass sich die Berührung des Läufers mit dem Ring auf einen einzigen Punkt beschränkt, so ist die Reibungskraft F zwischen Ring und Läufer

$$F = \mu\sqrt{N_x^2 + N_y^2}, \tag{1}$$

die Zentrifugalkraft C, die sich auf den Läufer auswirkt

$$C = mr\omega^2, \tag{2}$$

wobei: N_x, N_y die senk- und waagrechten Rückwirkungen der Reibungskraft F sind, μ — Reibungskoeffizient, m — Läufergewicht, R — Ringradius, ω — Winkelgeschwindigkeit der Spindeln.

Die Zentrifugalkraft steigt im selben Masse mit der Spindeldrehzahl an, was zur starken Erhitzung des Läufers führt, unter Abnützung und Beschädigung der beiden in Berührung befindlichen Elemente: Läufer und Ring. Diese Abnützung führt zu Kräftigen Schwingungen des Läufers auf dem Ring und zu einer ausgeprägteren Beschadigung-

Infolge experimenteller Forschungen [1] wurden mittels mikroskopischen Aufnahmen bei sehr grossen Läufergeschwindigkeiten auf den Drehflächen der Stahlspinnringe eine Reihe von Schäden festgestellt (Abb. 3 *a*, *b*, *c*).

Auf einer speziellen Installation [2] wurden Reibungskoeffizient und Abnützung des Ring-Läufer-Paares auf Ringspinnmaschinen untersucht. Es wurden Läufer aus plastischen Material abhängig von Läufergeschwindigkeit, Schmierölart, Feuchtigkeit auf der Reibungsoberfläche und Ringhärte verwendet. Aufgrund der erhaltenen Oszillogramme kann man das Anwachsen des Reibungsmoments, von der Gleitgeschwindigkeit des Laufers mit oder ohne Schmierung (Abb. 4 *a*, *b*).

Ebenso rufen gewisse Verarbeitungsfehler der Ringe, welche Ovalformen derselben zur Folge haben, bedeutende Druckschwankungen des Fadens bei hohen Spindeldrehzahlen hervor.

Von den vorher erwähnten Nachteilen des Klassischen Spinnverfahrens ausgehend, ebenso wie von den Umständen welche das Wachsen der Produktivität von Ringspinnmaschinen beeinschränken, werden nun eingehende Untersuchungen gemacht um das Spinnsystem mit rotierendem Läufer einzuführen. Wie schon M. H a k k i [3] unterstreicht, ist die Produktion im Ringspinnen in erster Linie von der Fadenbruchzahl, welche ganz besonders die Fadenqualität beeinflusst, von dem Fadendruck und der Erwärmung des Läufers abhängig.

Die Produktion im Ringspinnen wird bedeutend erhöht werden können durch Steigen der Spindeldrehzahl, indem Fadendruck und Läufertemperatur auf einem annehmbaren Niveau beibehalten werden. Dreht man den Ring in Läuferrichtung mittels eines günstigens Antrieb, so wird ein Teil der obenerwähnten schwierigen Probleme ausgeschaltet. Die Qualität der mit mitrotierendem Ring erhaltenen Garne ist denjenigen nahestehend, die mit Kleineren Spindeldrehzahlen und Klassischen Ringen gewonnen wird.

Das Verfahren mit rotierendem Ring wird in den letzten Jahren überall auf der Welt in einer Anzahl von veröffentlichten Arbeiten hochgeschätzt [4] ... [9]. Es wird unter anderem hervorgehoben dass die Firma Spinntex ein Testsystem eingeleitet hat, welches das Modell eines Compu-

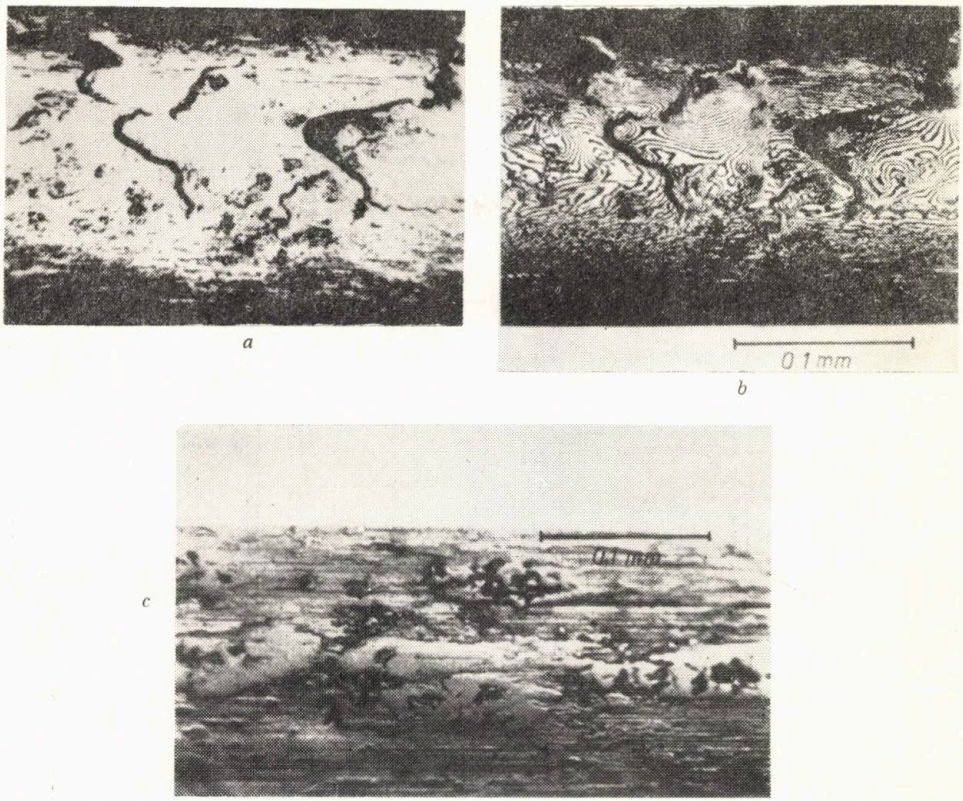


Abb. 3. — Die verschiedenen beschädigten Ringoberflächen: *a*, *b* — Verschleis „grübchen" — in starker Vergrösserung bei normaler und Interferenz-Beleuchtung; *c*—Aufschweisungen von Läuferwerkstoff auf der Ringgleitfläche.

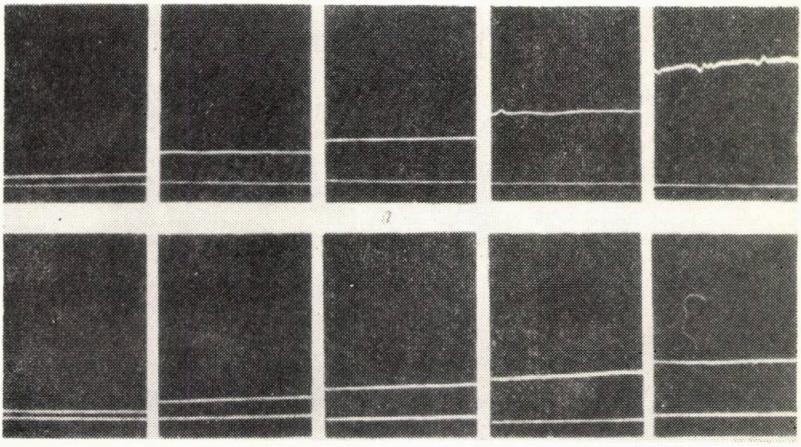


Abb. 4— *a* — Reibungsmoment für vergrösserte Läufergeschwindigkeiten ohne Schmierung; *b* — Reibungsmoment für vergrösserte Läufergeschwindigkeiten; Lauf mit Schmierung.

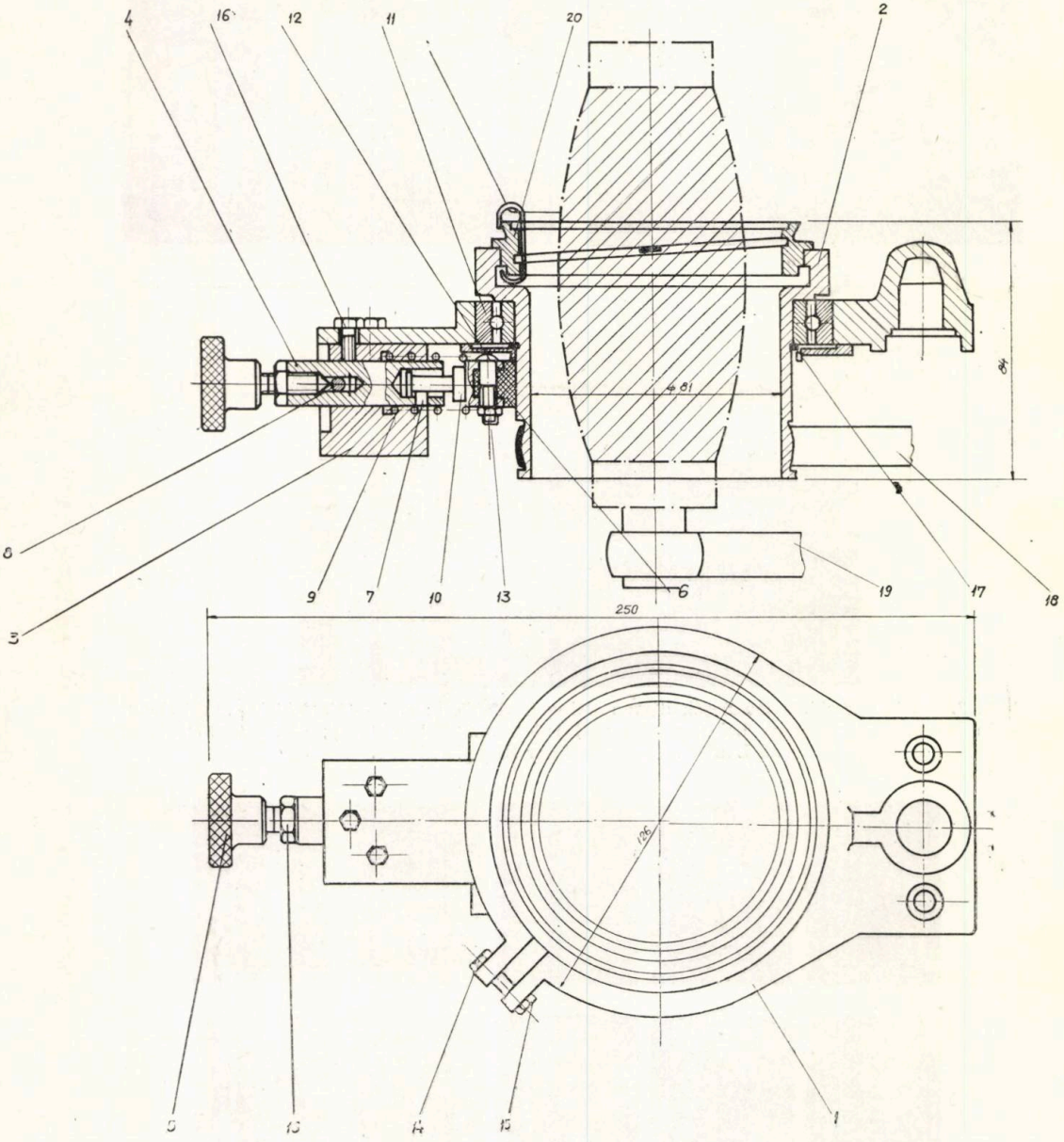


Abb. 5 — *a* — Senkreihte Projection der verwendeten Vorrichtung; *b* — Waagrcchte Projektion der Vorrichtung.

ters verwendet, der mit grosser Genauigkeit den Fadendruck bei verschiedenen Spindeldrehzahlen voraussagt ; es wird die Möglichkeit einer Produktionssteigerung von 50...60 % erwogen.

Es wird auch auf die Überlegenheit der Verwendung einer gelagerten Spinnrings im Vergleich mit dem Klassischen Ringe hingewiesen [10], wobei eine Genauigkeitskupplung das Antriebsrad gleichzeitig von Ringe absondern oder zusammenkuppeln kann. Der Kraftverbrauch ist denjenigen der Klassischen Maschinen nahe ; es wird bewiesen dass die Lebensdauer der Läufer um 30% ansteigt, die Spindeldrehzahl aber sehr gross ist :

für Nm 64 Bw von 10 000 bis 16 000 Drehungen/Minute

für Nm 10 Synthetisch von 5 500 bis 11 000 Drehungen/Minute.

Alle Versuche haben einen bedeutenden Rückgang der Verbrannten Läuferanzahl und einen allmählich Kleineren Variationskoeffizienten bei den Hauptcharakteristiken des Fadens gezeigt.

Gemäss [11] ist die mit dem „lebendigen Ring" erzielte reine Leistungssteigerung wesentlich. Benützt man einen für die Feinheit des Baumwollfadens günstigen Ringdurchmesser (z. B. 44 mm), so gestattet der Drehring das Erreichen einer Läufergeschwindigkeit von 30...32 m/sek. (13 000...14 000 Drehungen/Min. bei den Spindeln).

Ebenso können die groben Garne mit 21...24 m/sek. gesponnen werden (7 000...8 000 Drehungen/Min. bei den Spindeln.).

Nimmt man diese neuenzählen in Betracht, welche mit dem Drehring erzielbar sind, so kann man diesem Verfahren eine günstige Zukunft voraussagen. Zahlreiche Fachleute erklären, dass der „lebendige Ring" besonders im Bereich der groben Garne Verteile aufweist.

Aufgrund des oben Erwähnten wurde eine Drehungs-Wicklungs-Verkehrung mit drehring entworfen und ausgeführt, welche in eine Spinnstelle der FIS 120-UNIREA—CLUJ-NAPOCA — Maschine eingebaut wurde.

Mit dieser Vorkehrung wurde ein aus einem Bort gespinntes Garn erziele, eine Mischung von Flachs und PE mit der Feinheit Nm 10.

Wie aus den Abb. 5*a* und 5*b* ersichtlich ist, wird der Ring *20* von der Type HZ—BS mit innerem Durchmesser $d = 90$ mm in eine Büchse *2* eingeführt, welche am unteren Ende durch einen Treibriemen angetrieben wird.

Also bildet die Büchse das bewegliche Element und wird in das Ringinnere des Kugellagers *11*—leichte Reihe—eingeführt, welches eine Drehzahl von 6 000 Drehungen/Min. verträgt, ohne Ölbad.

Der Antrieb wird durch die Rollen *20* und den Riemen *18* von der Hauptachse der Maschine *22*, auf welche eine spezielle Gussscheibe eingeführt wurde, vollzogen (Abb. 6).

Für die Übertragung der Bewegung zur Büchse sobald die Bank ihre Hinauf und Hinunter bewegung hat, wurde eine Rolle *21* eingeführt auf einem Arm welcher den Riemen während des Laufens dreht.

Der dussere Lagerring ist fost in das Innere eines Ständers aus Stahl eingeführt, welcher durch zwei Schrauben an die Ringbank befestigt ist.

Ist die Frage des Antrieb nicht allzu schwer, so benötigt das Bremsen des Ringes bei Fadenbruch vielfache Verbesserungen, well ja das Bremsen in jedem Augenblick vor sich gehen muss, ohne Zusammenhang mit der jeweiligen Lage der Ringbank.

Das Bremsansemble dieser Vorrichtung besteht aus einem Körper *3*, in dessen Inners eine Achse *4* eingeführt wird. Dieselbe hat auf der Aussen-

seite der Vorrichtung eine Öffnung mit Gewirde in welche die Schraube *5* hineinpasst.

Durch die Achse, senkrecht auf dieselbe, geht ein Stift *8*, welcher mehr oder weniger tief in einen Kanal des Körpers hineinkommt, mittels der Feder *9* die ihn an die Oberfläche des Körpers *3* angepresst hält. Die Feder *9*, welche sich an der inneren Seite der Vorkehrung befindet stösst die Gabel *10* mit den Abbremsklotz *6* zur Büchse und bremst sie.

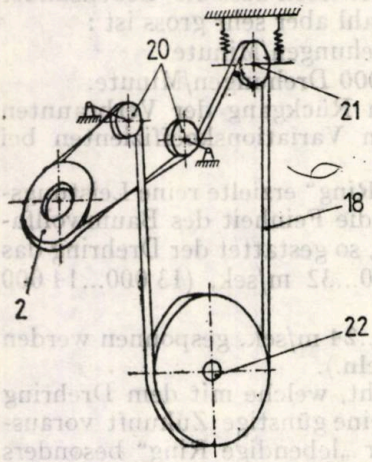


Abb. 6 — Lage des Riemens welcher den Ring antreibt.

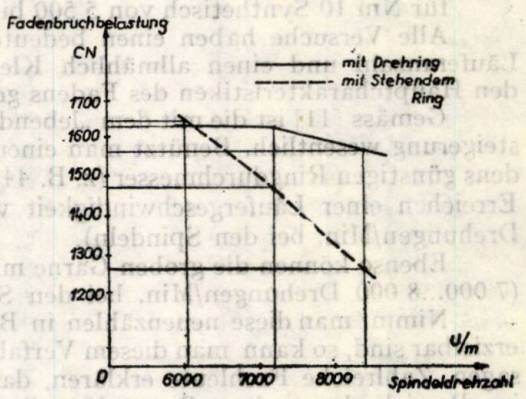


Abb. 7. — Schwankung der Bruchbelastung in Abhängigkeit von der Spindeldrehzahl; ——— mit Drehring ; - - - - - mit stehendem Ring.

Da für den Antrieb einer einzigen Ringes ungefähr 60...70% des Büchsenumfangs verwendet wurde, kan es nicht zum Rutschen des Riemens während des Laufens, also hat es fast überhaupt Keine Schwankungen der Ringdrehzahl gegeben, hingegen machte sich die Notwendigkeit eines starken Bremsens des Rings fühlbar.

Wird der Antrieb von einer senkrechten Achse der Maschine vollzogen und von hier die Bewegung durch Tangentialriemen überführt, so wird die nötige Bremskraft Kleiner sein.

Die durchgeführten Versuche haben gezeigt, dass die Vorrichtung leicht von der Spinnerin bedicht werden kann, obwohl deren Belastung bei Bedienung der Maschine etwas grösser wird. Um das Eindringen von Staub und Unreinheiten zum Lager zu verweiden, wurde ein Sicherheitsring erdacht, welcher die freie zone zwischen den zwei Lagerringen bedeckt.

2. Die mit der erzielten Vorrichtung erhaltenen experimentellen Resultate. Da wir nur über eine einzige mit der obengezeigten Vorrichtung umgebildete Spinnstelle verfügten, und um nicht Wechselparameter von einer Spinnstelle zur anderen einzuführen, wurden die Versuche auf der selben Spindel vollzogen, bei welcher der Ring bei verschiedenen Drehzahlen angetrieben wurde, oder überhaupt nicht angetrieben wurde.

Somit wurden Garne in folgenden Bedingungen erzeugt :

1) $n_{\text{Spindel}} = 6\,050$ Drehungen/min mit $n_{\text{Ring}} = 0$,

$n_{\text{Ring}} = 3\,250$ Dreh./min ;

Tabelle 1

Spindeldrehzahl Dreh./min.	Ringspinndrehzahl / Format		Fadenfestigkeit Nm	Unregelmässigkeit %	Fadenbruchbelastung cN	Unregelmässigkeit %	Verlänggerung bei Fadenbruch %	Torsion Windungen m	Ungleichmässigkeit Uster %	Verdickungen	Verdünnungen	Noppen	Fadenbruchzahl/pro Abzug
$n_{Spindel}$ = 6 050	n_{Ring}=0	1	10,1*	0,79	1 630	11,1	13,74	316	20,8	736	360	320	3
		2	9,9	0,2	1 738	6,4	12,9	340	21,0	1 096	680	552	2
		3	9,7	2,8	1 596	13,6	12,2	368	21,5	1 280	656	464	3
		4	9,9	0,6	1 626	7,5	12,5	340	21,6	944	832	520	4
		5	9,7	1,1	1 625	10,8	15,2	362	21,0	1 160	352	624	2
	M.**		9,86	1,09	1 643	9,88	13,3	345	21,18	1 043,2	576	496	2,8
	n_{Ring}=3250	1	10,0	0,8	1 720	10,2	15,4	318	20,8	920	304	456	—
		2	10,0	0,6	1 616	5,7	15,2	349	21,0	992	360	440	—
		3	9,8	1,6	1 628	9,7	13,3	339	20,4	792	224	408	2
		4	10,3	4,6	1 616	8,6	13,8	384	21,0	1056	384	496	1
		5	10,0	0,6	1 615	10,8	13,9	352	21,5	864	364	376	2
	M.		10,02	1,64	1 639	9,0	14,32	348	20,96	924,8	327,2	435,2	1,0
$n_{Spindel}$ = 7 200	n_{Ring}=0	1	9,8	2,0	1 231	11,45	14,6	340	23,8	784	1 360	988	4
		2	10,2	0,89	1 539	13,1	14,0	329	22,9	744	1 248	712	5
		3	10,1	0,59	1 549	12,9	15,0	328	24,5	1 368	1 448	1 056	3
		4	10,0	1,2	1 551	6,9	14,6	341	23,5	1 140	1 328	680	4
		5	9,7	0,4	1 489	11,2	15,7	338	23,9	744	1 264	856	6
	M.		9,96	1,01	1 471,8	9,91	14,78	335	23,72	956	1 329,6	518,4	4,4
	n_{Ring}=4200	1	10,1	1,2	1 620	3,4	16,2	367	21,0	536	968	424	2
		2	9,6	0,8	1 650	11,0	16,8	334	22,2	608	1 184	616	1
		3	9,7	3,0	1 645	11,1	14,2	346	21,0	480	1 016	584	1
		4	9,8	0,6	1 617	13,6	15,3	348	21,7	768	1 232	472	—
		5	9,7	2,0	1 648	10,6	14,9	365	22,0	648	1 056	504	2
	M .		9,78	1,52	1 636	9,94	15,48	352	21,58	608	1 091,2	520	1,2
$n_{Spindel}$=8 400	n_{Ring}=0	1	10,3	5,2	1 088	10,3	11,4	343	27,0	1 248	1 408	752	8
		2	10,0	3,8	1 233,8	6,3	12,2	368	27,3	1 136	1 176	792	7
		3	9,4	0,1	1 068	9,8	10,3	336	27,4	1 736	1 912	936	9
		4	10,1	4,3	1 468	11,1	11,4	380	25,0	952	1 280	640	8
		5	9,6	0,28	1 454	7,2	11,5	356	25,0	992	1 224	512	9
	M.		9,88	2,73	1 262,2	8,94	11,36	356,6	26,3	1 212,8	1 400	726,4	8,2
	n_{Ring}=4700	1	9,3	0,21	1 551	19,9	15,2	356	21,8	488	992	576	3
		2	9,2	0,65	1 550	7,6	14,3	372	23,2	584	1 400	720	2
		3	9,4	1,3	1 561	12,6	15,6	377	23,4	888	1 200	608	2
		4	9,8	1,42	1 618	7,14	16,1	339	22,0	648	1 100	664	3
		5	10,0	0,2	1 526	13,3	16,6	348	24,0	752	1 188	456	4
	M.		9,54	0,75	1 561,2	12,1	15,56	358,4	22,8	672	1 176	604,8	2,8

* Jeder Wert in der Tabelle stellt die Mitte von 50 Messungen dar.
** M. — Mittelwert.

2) $n_{Spindel}$ = 7 200 Drehungen/min mit n_{Ring} = 0,
n_{Ring} = 4 200 Dreh./min ;

3) $n_{Spindel}$ = 8 400 Drehungen/min mit n_{Ring} = 0,
n_{Ring} = 4 700 Dreh./min.

Wir versuchten, soweit möglich, eine enheitliche Mischung von Flachs 50% und PES 50% zu gebrauchen, mit denselben Charakteristiken für alle Proben, in dem auf der Maschine dieselben technologischen Parameter verwendet wurden ; die Abänderung der Drehzahl wurde durch Wechsel der Motorscheibe vollzogen.

Es wurden je 5 Formate für jede der erwähnten Varianten gespinnt, die erhaltenen Garne wurden hernach Labortesten unterworfen, um die erhaltenen Eigenschaften zu untersuchen (Feinheit, Unregelmässigkeiten zur Feinheit, Bruchbelastung, Unregelmässigkeiten zur Bruchbelastung, Bruchverfängerung, Torsion, Ungleichheit Uster, Verdünnungen, Verdickungen, Noppen, Bruchanzahl).

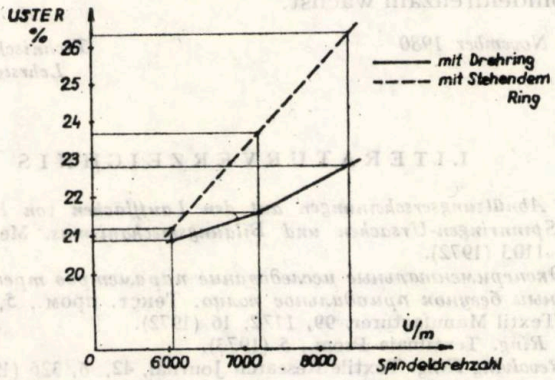


Abb. 8 — Schwankung der Ungleichmässigkeit Uster in Abhängigkeit von der Spindeldrehzahl: ——— mit Drehring - - - - - - mit stehendem Ring.

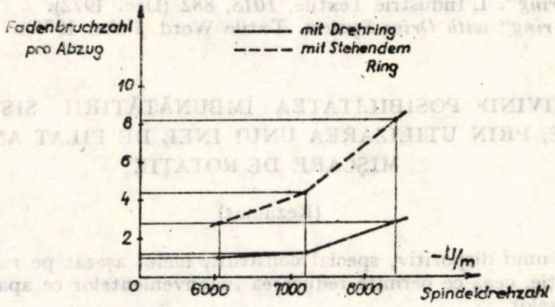


Abb. 9 — Schwankung der Fadendrehzahl für den Abzug in Abhängigkeit von der Spindeldrehzahl : ——— mit Drehring ; - - - - - - mit stehendem Ring.

Die erhaltenen Resultate gehen aus den Abb. 7,8 und 9 hervor.
Abb. 9 zeigt die Variabilität der Bruchzahl je Abzug und nicht je

1 000 Spindeln/Stunde, weil eine einzige Spindel in Betracht gezogen wurde und die Berechnung unwichtig wird.

3. **Schlussfolgerungen**. Wie bemerkt, wird die Ringdrehzahl, obgleich sie zusammen mit der Spindeldrehzahl schwankt, immer 53% von der Drehzahl derselben ausmachen, weil ja das Übertragungsverhältnis konstant bleibt.

Aufgrund der Versuchsresultate und der vorgelegten Diagramme, können nachstehende Schlussfolgerungen betreffs der Garnqualität mit und ohne Drehring gezogen worden :

a) Die Reissbelastung des Fadens nimmt gleichzeitig mit dem Anwachsen der Spindeldrehzahl ab Dieses Abnehmen wird bei dem stehendem Ring deutlicher ;

b) Die Fadenungleichmässigkeit wächst beim Ansteigen der Spindeldrehzahl, jedoch in kleinerem Masse bei Verwendung des Drehrings ;

c) Die Fadenbruchzahl, welche die Produktivität der Ringspinnmaschinen bedeutend beeinflusst, steigt beim Drehringsystem weniger an, wenn die Spindeldrehzahl wächst.

Eingegangen am 8. November 1980

Technische Hochschule, Jassy,
Lehrstuhl von Spinnerei

LITERATURVERZEICHNIS

1. Stähli G., *Abnützungserscheinungen auf den Laufflächen von Hochgeschwindigkeits-Stahl-Spinnringen-Ursachen und Bildungsmechanismus.* Melliand Textilb., *10*, 1101—1103 (1972).
2. Ровнов, *Экспериментальные исследование параметров трения и износа пары анидныи бегунок приадильное колцо.* Текст. пром., *5*, 25 (1975).
3. Hakki M., Textil Manufacturer, **99**, *1172*, 16 (1972).
4. * * * *Revolving Ring.* Textilnaia Prom., *5* (1973).
5. Hakki M., *Revolving Ring.* Textile Research Journal, **42**, *6*, 326 (1972).
6. Keim D., Chemiefasern Textilindustrie, 414 (Mai 1977).
7. Warlick, *New Life for the „Living Ring".* Textilindustrie, *141*, 53—55 (Febr. 1977).
8. * * * *„Living Ring". Neue chancen für die Ring Spinnmaschine*, Chemiefasern, *12* (1974).
9. * * * *Nuove systema di Filatura ad anelli.* Laniera, *8*, 123 (1978).
10. * * * *„Living ring".* L'Industrie Textile, *1018*, 882 (Dec. 1972).
11. * * * *„Living ring" with Drive System.* Txtile Word (Febr. 1975).

CERCETĂRI PRIVIND POSIBILITATEA ÎMBUNĂTĂŢIRII SISTEMULUI CLASIC DE FILARE, PRIN UTILIZAREA UNUI INEL DE FILAT ANTRENAT ÎN MIŞCARE DE ROTAŢIE

(Rezumat)

Cu ajutorul unui dispozitiv, special construit, inelul aşezat pe rulmenţi, este antrenat în mişcare de rotaţie, ceea ce permite reducerea inconvenientelor ce apar în filarea clasică la turaţii mari ale fuselor.

Bazat pe acest sistem s-a realizat fir din amestec in cu poliester Nm 10/1, ale cărui caracteristici au fost studiate.

Graficele obţinute atestă superioritatea acestui sistem de filare.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAȘI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secția VII
TEXTILE. PIELĂRIE

C.Z. 687.02 ; 677.66

CONTRIBUȚII LA CALCULUL PARAMETRILOR DE STRUCTURĂ AI PRODUSELOR TEXTILE NEȚESUTE CONSOLIDATE PRIN COASERE-TRICOTARE, PE MAȘINI TIP ARACHNÉ ȘI MALIWATT

DE

C. PREDA

Produsele textile nețesute consolidate prin coasere-tricotare au un suport textil constituit din strat fibros, țesătură sau fire de urzeală și bătătură neîmpletite între ele. La produsele tip ARACHNÉ și MALIWATT suportul textil este constituit din strat fibros obținut pe agregate de cardare-pliere.

Consolidarea suportului textil se realizează cu ajutorul firelor care sînt transformate în ochiuri ce pot forma legături asemănătoare celor de la tricoturile din fire de urzeală.

Spre deosebire de ochiul unui tricot din fire de urzeală (fig. 1 *a*), care conține flancurile *1* și *3*, bucla de ac *2* și segmentul de legătură *4*, ochiul realizat la produsele textile nețesute consolidate prin coasere-tricotare (fig. 1 *b*) are în plus segmentele *1* și *5* cu lungimi corespunzătoare grosimii suportului textil. Segmentele *1* și *5* fac legătura între flancurile *2*, *4* și segmentele de legătură *6*. Bucla de ac *3* are aceeași formă ca la buclele de ac de la tricoturile din fire de urzeală.

Dintre legăturile de bază realizate pe mașini tip ARACHNÉ și MALIWATT cele mai des întîlnite sînt legăturile lănțișor și tricot.

La legătura lănțișor (fig. 2) ochiurile se repetă la intervale egale corespunzătoare pasului cusăturii P. De asemenea, cusăturile se repetă la intervale egale corespunzătoare pasului șirurilor S.

În funcție de P și S se pot determina desimea de coasere D_c și desimea șirurilor D_s :

$$(1) \qquad D_c = \frac{L}{P}, \quad D_s = \frac{L}{S},$$

în care $L = 100$ mm și reprezintă lungimea pe care se determină cele două desimi.

Necesarul de fire pentru consolidarea stratului fibros se poate exprima în funcție de : lungimea de fir dintr-un ochi, l ; finețea firelor exprimată în tex sau Nm; pasul cusăturii, P; pasul șirurilor, S ; desimea de coasere, D_c și desimea șirurilor D_s.

Pornind de la relaţia fineţii firelor se poate exprima masa de fire M_f pentru consolidarea unui metru pătrat de strat fibros,

$$M_f = L_f \text{ tex } 10^{-3} = \frac{L_f}{\text{Nm}}, \tag{2}$$

în care L_f reprezintă lungimea de fir exprimată în metri, necesară consolidării unui metru pătrat de strat fibros.

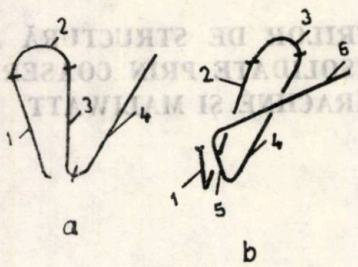


Fig. 1

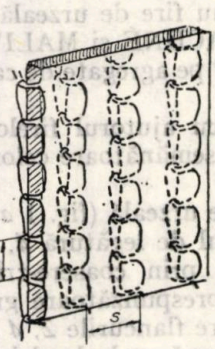


Fig. 2

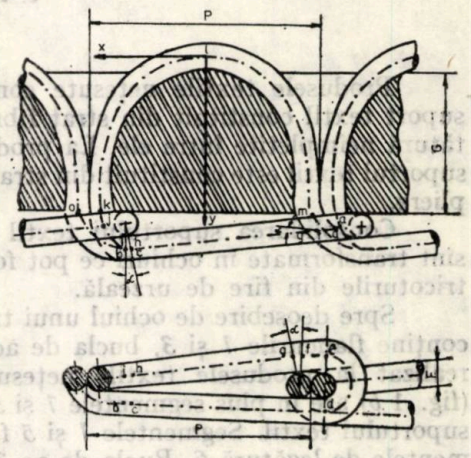


Fig. 3

L_f se poate calcula în funcţie de : numărul de ochiuri pe 1 m lungime, N_0' ; numărul cusăturilor paralele pe 1 m lăţime, N_0'' ; lungimea de fir dintr-un ochi exprimată în mm, l ; pasul cusăturii exprimat în mm, P şi pasul şirurilor exprimat în mm, S :

$$L_f = N_0' N_0'' l \, 10^{-3} = \frac{l \, 10^3}{PS}. \tag{3}$$

Ţinînd seama de valorile lui L_f, masa de fire dintr-un metru pătrat de material textil nețesut M_f, exprimată în grame, se poate scrie sub formele :

$$M_f = \frac{l \text{ tex}}{PS} = \frac{l \, 10^3}{PS \, \text{Nm}}, \tag{4}$$

$$M_f = l \text{ tex } D_c D_s \, 10^{-4} = \frac{0{,}1 \, l \, D_c D_s}{\text{Nm}}.$$

Pentru determinarea lungimii de fir dintr-un pas de cusătură trebuie să se țină seama de forma pe care o ia firul după consolidarea stratului fibros (fig. 3). Cu notațiile din fig. 3, lungimea de fir dintr-un pas de cusătură se poate exprima sub forma

$$l = l_{a-b} + l_{b-c} + l_{c-d} + l_{d-e} + l_{e-f} + l_{f-g} + l_{g-h} + l_{h-i} + l_{i-j} + l_{j-k} + l_{k-m}.$$

Firul transformat în ochiuri ia o formă spațială. Elementele componente ale unui ochi pot fi aproximate ca elemente plane dacă se ține seama de faptul că grosimea firului este mică (sub 0,25 mm). Pornind de la această aproximație, s-a ajuns la diferențe foarte mici între lungimea de fir calculată și lungimea de fir măsurată. Astfel, raportul dintre lungimea de fir calculată și lungimea de fir măsurată ajunge la 0,98...0,99, aceste valori putînd fi considerate drept coeficienți de corecție.

Curba care unește punctele a și b se poate aproxima printr-o parabolă cu ecuația $y=ax^2$. Dacă se consideră un sistem de axe rectangulare cu originea în punctul a (fig. 4), atunci coordonatele punctelor extreme vor fi $a(0\ ;\ 0)$ și $b(1{,}5\,F\ ;\ 2F)$. Atunci

$$l_{a-b} = \int_0^{1,5F} \sqrt{1+4a^2x^2}\,dx = \frac{1}{4a}\left| \operatorname{arc\ sh} 2ax + 2ax\sqrt{1+4a^2x^2} \right|_0^{1,5F}.$$

Pentru $x_b = 1{,}54$, $a = y_b/(1{,}5\,F)^2$. Astfel,

$$l_{a-b} = \frac{(1{,}5\,F)^2}{4y_b}\left(\operatorname{arc\ sh} \frac{2y_b}{1{,}5F} + \frac{2y_b}{1{,}5F}\sqrt{1+\frac{4y_b}{(1{,}5\,F)^2}} \right).$$

Pentru simplificare, se notează $t = 2y_b/(1{,}5\ F)$ și atunci

$$(5) \qquad l_{a-b} = \frac{1{,}5\,F}{2t}\left(\operatorname{arc\ sh} t + t\sqrt{1+t^2} \right) = \frac{1{,}5F}{2t}\left[\ln\left(t + \sqrt{1+t^2}\right) + t\sqrt{1+t^2} \right].$$

Pentru $y = 2F$, se obține $l_{a-b} = 2{,}8\,F$.

Curba b—c s-a considerat arc de cerc cu raza F și unghiul la centru α:

$$(6) \qquad l_{b-c} = \alpha F = F\left(\arcsin \frac{F}{p} \right),$$

$$(7) \qquad l_{c-d} = \sqrt{P^2 - F^2} - F.$$

Arcul d—e s-a considerat ca fiind jumătate din lungimea unui cerc cu raza egală cu F:

$$(8) \qquad l_{d-e} = \pi F, \qquad (9) \qquad l_{e-f} = \frac{F}{\cos\alpha} = \frac{F(P-F)}{\sqrt{(P-F)^2 - F^2}};$$

$$l_{f-g} = l_{h-i} = l_{b-c} = \alpha F.$$

Ținînd seama de notațiile din fig. 5 s-au calculat și lungimile :

$$l_{g-h}=\frac{\overline{gA}-\overline{hA}}{\cos\alpha}=\frac{\sqrt{(P-F)^2-F^2}-1{,}25F}{\sqrt{(P-F)^2-F^2}}\,(P-F),\qquad l_{i-j}=\frac{\pi F}{2},\quad l_{j-k}=\frac{F}{2}.$$

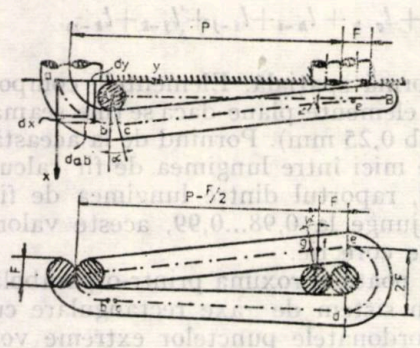


Fig. 4

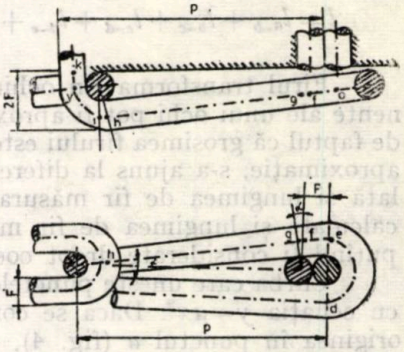


Fig. 5

Curbele k—l și l—m au fost considerate arce de parabolă, pentru cazul în care $(P-F)/G > 0{,}75$ (în care G reprezintă grosimea stratului fibros). Deci

$$l_{k-m}=2l_{k-l}=2l_{l-m}=2\int_0^{\frac{P-F}{2}}\sqrt{1+4a^2x^2}\,dx.$$

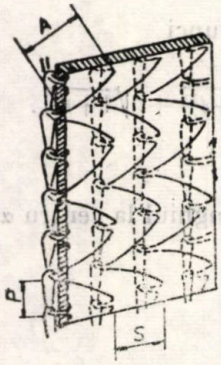


Fig. 6

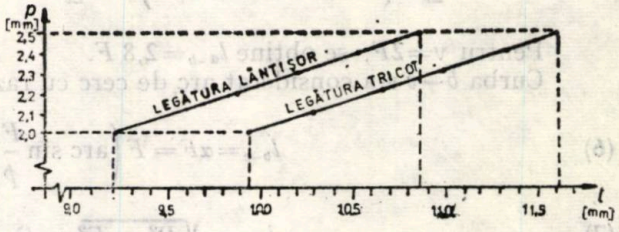


Fig. 7

Pentru $|x_k|=|x_m|=(P-F)/2$, $a=4y_k/(P-F)^2=4y_m/(P-F)^2$ și atunci

$$l_{k-m}=\frac{(P-F)^2}{8y_k}\left(\operatorname{arc\,sh}\frac{4y_k}{P-F}+\frac{4y_k}{P-F}\sqrt{1+\frac{16y_k^2}{(P-F)^2}}\right).$$

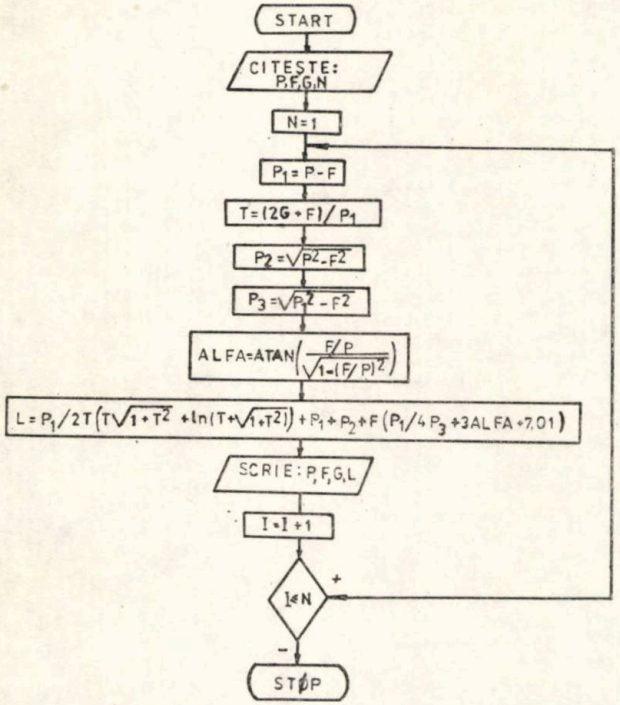

START
CITEȘTE: P,F,G,N
N=1
P1 = P-F
T=(2G+F)/P1
P2 = √(P²-F²)
P3 = √(P1²-F²)
ALFA=ATAN(F/P / √(1-(F/P)²))
L = P1/2T(T√(1+T²) + ln(T+√(1+T²))) + P1 + P2 + F(P1/4P3 + 3ALFA + 7,01)
SCRIE: P,F,G,L
I=I+1
I∈N
+
-
STØP

Fig. 8

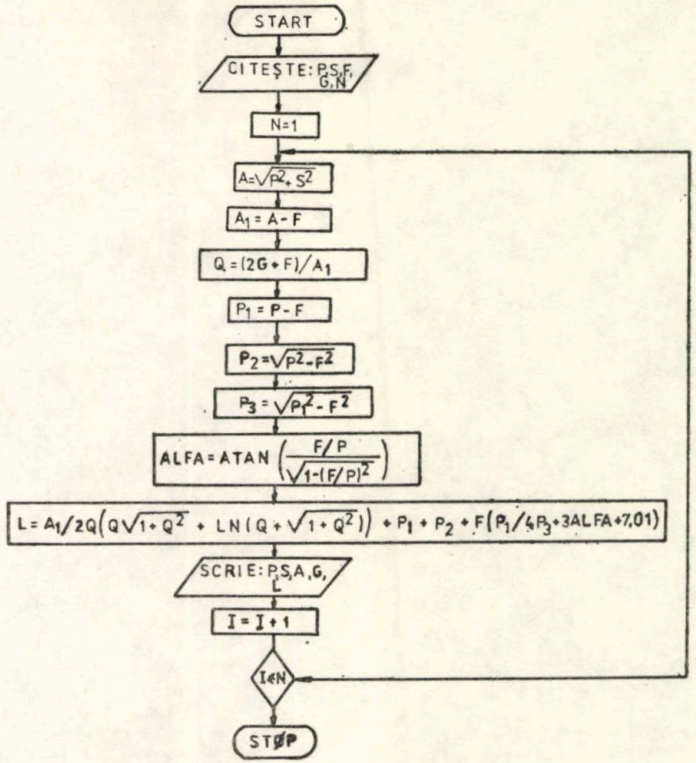
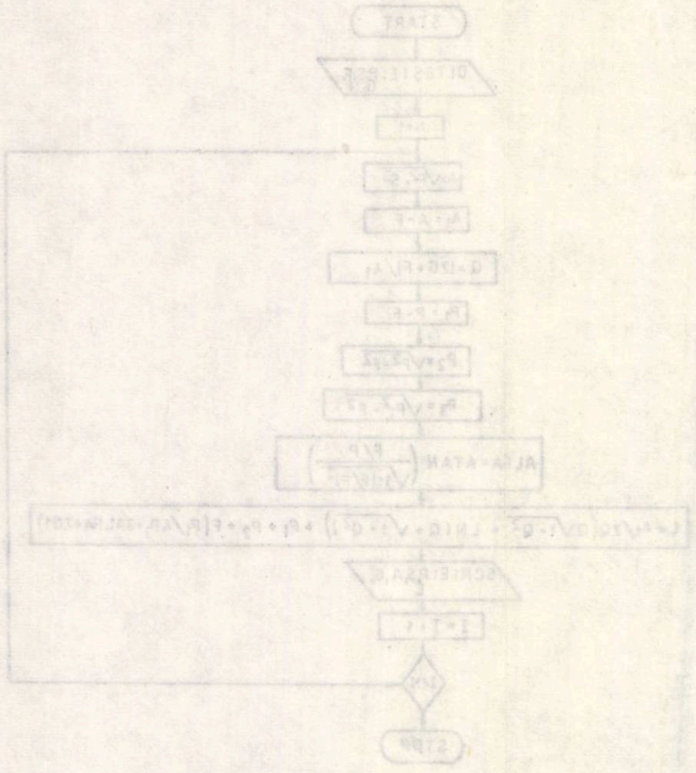

START
CITEȘTE: P,S,F, G,N
N=1
A=√(P²+S²)
A1 = A-F
Q = (2G+F)/A1
P1 = P-F
P2 = √(P²-F²)
P3 = √(P1²-F²)
ALFA = ATAN(F/P / √(1-(F/P)²))
L = A1/2Q(Q√(1+Q²) + LN(Q+√(1+Q²))) + P1 + P2 + F(P1/4P3 + 3ALFA + 7,01)
SCRIE: P,S,A,G, L
I = I+1
I∈N
STØP

Fig. 9



Pentru simplificare, fie $T = 4y_k/(P-F) = (4G+F)/(P-F)$, unde $y_k = G + F/2$ și atunci

$$l_{k-m} = \frac{P-F}{2T}\left[\ln\left(T+\sqrt{1+T^2}\right)+T\sqrt{1+T^2}\right]. \tag{10}$$

Pe baza relațiilor de calcul stabilite pentru fiecare element component, lungimea de fir dintr-un pas de cusătură este

$$l = \frac{P_1}{2T}\left[\ln\left(T+\sqrt{1+T^2}\right)+T\sqrt{1+T^2}\right]+P_1+P_2+F\left(\frac{P_1}{4P_3}+3\alpha+7{,}01\right), \tag{11}$$

în care

$$P_1 = P-F,\quad P_2 = \sqrt{P^2-F^2},\quad P_3 = \sqrt{(P-F)^2-F^2} = \sqrt{P_1^2-F^2}. \tag{12}$$

Pentru legătura tricot (fig. 6) este necesar să se țină seama de distanțele dintre punctele de introducere a firelor în stratul fibros A; pentru ochiuri succesive situate în două rînduri vecine, $A = \sqrt{P^2+S^2}$.

Folosind aceeași metodologie de calcul, lungimea de fir dintr-un pas de cusătură la legătura tricot se exprimă sub forma

$$l_t = \frac{A_1}{2Q}\left[Q\sqrt{1+Q^2}+\ln\left(Q+\sqrt{1+Q^2}\right)\right]+P_1+P_2+F\left(\frac{P_1}{4P_3}+3\alpha+7{,}01\right), \tag{13}$$

în care

$$A_1 = A-F, \qquad Q = \frac{2G+F}{A-F}. \tag{14}$$

Comparînd relațiile de calcul pentru l și l_t se constată că prezintă două părți distincte care se sumează, $l = l' + l''$ și $l_t = l_t' + l_t''$. Pentru ambele legături

$$l'' = l_t'' = P_1+P_2+F\left(\frac{P_1}{4P_3}+3\alpha+7{,}01\right), \tag{15}$$

ceea ce indică faptul că aspectul cusăturilor pe spatele produsului este identic la ambele legături.

În cazul în care la ambele legături se folosește același strat fibros, iar coaserea se efectuează cu același pas de cusătură,

$$P_1 < A_1 \quad \text{și} \quad T < Q. \tag{16}$$

Deci $l_t > l$, lucru care poate fi observat și din diagrama de variație a lungimii de fir în funcție de mărimea pasului cusăturii (fig. 7).

Pentru aplicarea relațiilor de calcul ale lui l și l_t se pot face prelucrări automate ale datelor, folosind calculatorul electronic FELIX C-250. În fig. 8 și 9 sînt prezentate schemele logice pe baza cărora se calculează valorile corespunzătoare lungimilor de fir dintr-un pas de cusătură pentru legăturile lănțișor și tricot.

Pe baza calculelor parametrilor de structură ai produselor textile nețesute realizate pe mașini tip ARACHNÉ și MALIWATT se pot norma corect consumurile de fire necesare consolidării prin coasere-tricotare.

Primită la 23 iulie 1980

Institutul politehnic, Iaşi,
Catedra de filatură—țesătorie

BIBLIOGRAFIE

1. Preda C., *Cercetări privind valorificarea deșeurilor textile prin procedee neconvenționale.* Teză de doctorat, Institutul politehnic Iași, 1979, pp. 68—77.
2. Potoran I., Preda C., *Contribuții la metodologia de calcul a consumului de fir pentru diferite cusături.* Ind. textilă, 2, 105—106 (1966).

CONTRIBUTIONS TO THE CALCULATION OF STRUCTURE PARAMETERS OF NONWOVEN TEXTILES FABRICS REINFORCED BY STITCH-KNITTING PROCEEDINGS ON ARACHNÉ AND MALIWATT MACHINES

(Summary)

There are stated the calculation equations for thread mass consumed in reinforcing one square meter of fibre web and for the thread lenght in one stitch corresponding to the chain stitch and tricot knitting stitch construction.

For the application of the stated equations are presented logical schemas necessary to automatical computing of informations on the FELIX C-250 computer.

BULETINUL INSTITUTULUI POLITEHNIC DIN IAŞI
Tomul XXVI (XXX), Fasc. 1—4, 1980
Secţia VII
TEXTILE. PIELĂRIE

C.Z.677.66

CERCETĂRI PRIVIND PRELUCRAREA ÎN TRICOTAJE A FIRELOR PES-SET

DE

EMIL HAGIU, OTILIA MÂLCOMETE, STELIAN FILIPESCU, VIORICA BUDEANU, DAN IRIMICIUC, ELENA LUCA, CORNEL PARASCHIV şi LILIA DIMITRIU

1. Cercetarea întreprinsă a urmărit evidenţierea aspectelor de prelucrabilitate în tricotaje a firelor SET în comparaţie cu firele clasice PES în condiţii tehnologice riguros controlate şi reproductibile (tabelele 1,2 şi 3), influenţa parametrilor procesului asupra proprietăţilor firelor şi parametrilor şi proprietăţilor produselor, crearea de noi structuri tricotate precum şi unele aspecte ale finisării, arie problematică ce vizează conducerea ştiinţifică a proceselor potrivit unor obiective bine conturate.

Tabelul 1

Valorile parametrilor tehnologici la prelucrarea firelor PES normale
Structura tricotului : interloc
Utilaj : TEXTIMA MULTIKARAT *167/32 dtex*

Varianta	Adîncimea de buclare mm	Viteza de lucru rot/min	Viteza de alimentare a firului m/min	Tensiunea de alimentare cN
1	1,15	8	53...56	1,5...2
2	1,30	8	58...61	1,5...2
3	1,45	8	63,5...65,5	1,8...2
4	1,60	8	65...69	1,8...2,3
5	1,15	10	64...66	2...2,25*
6	1,30	10	75...78	2,2...2,5
7	1,45	10	82...86	2 ...3
8	1,60	10	90...92	2 ...3

* — alimentare negativă.

2. Programul de cercetare s-a realizat pe maşini circulare de tricotat cu diametru mare de tip TEXTIMA—MULTIKARAT şi MULTILOCK de finete 20 E, opţiune argumentată de destinaţia firelor şi produselor precum şi de dotarea sectorului de tricotaje. S-au ales două trepte de viteze de lucru

Tabelul 2

Valorile parametrilor tehnologici la prelucrarea firelor PES-SET
Structura tricotului : interloc
Utilaj : TEXTIMA MULTIKARAT *167/32 dtex*

Varianta	Adîncimea de buclare mm	Viteza de lucru rot/min	Viteza de alimentare a firului m/min	Tensiunea de alimentare cN
9	1,15	8	55...57*	2 ... 8
10	1,30	8	57...58	2 ... 8
11	1,45	8	64...65	2 ... 8
12	1,15	10	63...66	2 ... 8
13	1,30	10	70...75	2 ...10
14	1,45	10	76...80	3,5...10
15	1,30	10	72...76**	2,5... 5

* variantele 9...14, alimentare negativă ;
** varianta 15, alimentare pozitivă.

Tabelul 3

Valorile parametrilor tehnologici la prelucrarea firelor PES-SET
Structura tricotului : interloc
Utilaj : TEXTIMA MULTIKARAT *110/32 dtex*

Varianta	Adîncimea de buclare mm	Viteza de lucru rot/min	Viteza de alimentare m/min	Tensiunea de alimentare cN
16	0,95	8	42 ...45	1,5...2,5
17	1,05	8	46 ...48	2 ...2,5
18	1,15	8	48 ...51	2 ...3
19	0,95	10	55 ...57	2 ...3
20	1,05	10	56 ...58	2,5...3,5
21	1,15	10	63,2...67,4	2 ...4

şi un interval de 1,15...1,6 mm pentru adîncimea de buclare la prelucrarea firelor de finețe 167/32 dTex şi 0,95...1,15 mm pentru tricotarea firelor SET de finețe 110/32 dTex.

Încercările făcute la tricotarea firelor SET de finețe 167/32 dTex cu adîncimea de buclare de 1,6 mm nu au condus la rezultate concludente datorită agăţării frecvente a unor filamente de organele producătoare de ochiuri şi ca urmare în lucrare nu se vor face referiri la acest domeniu.

Analiza datelor din tabelele 2 şi 3 pune în evidenţă intervalul mai mare de variaţie a tensiunii în fire la alimentare în cazul firelor SET de finețe 167/32 dTex (2...8 şi chiar 10 cN), faţă de firele PES clasice (1,5, 2, 3 cN), fapt ce are urmări nefavorabile asupra uniformităţii dimensionale a ochiuri-

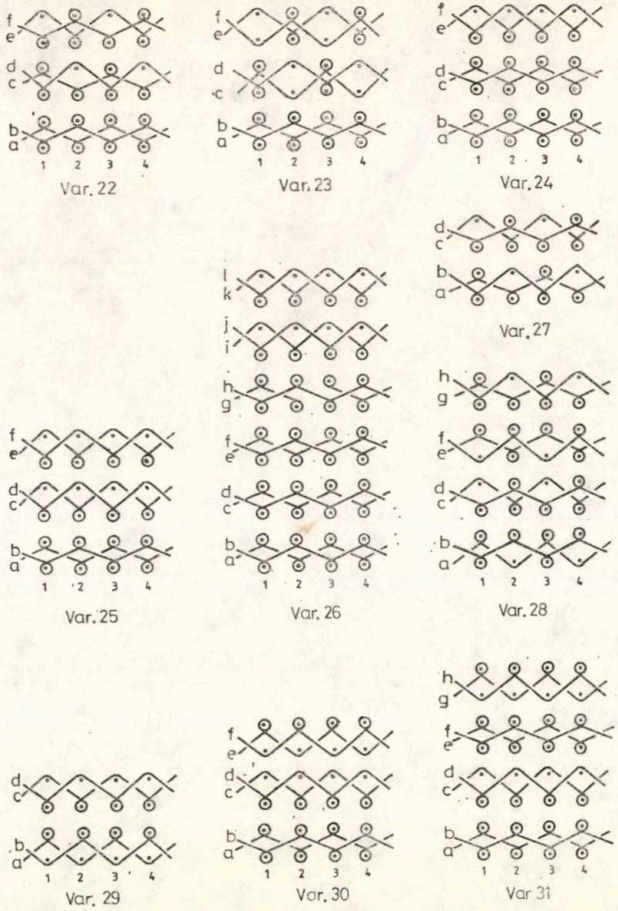


Fig. 3

Tabelul 4

Condiții tehnologice pentru noi structuri
Materia primă : PES-SET 110/32 dtex
Utilaj : SEXTIMA MULTILOC

Varianta	Evoluția	Viteza de alimentare m/min	Tensiunea la alimentare cN
22	*a*	88...90	1,5...2
	d	95...99	0,5...1
23	*a*	87...89,5	1 ...2
	d	71...87	0,5...1
24	*a*	87...89	1 ...2
	f	84...87	0,5...1
25	*a*	87...88	1 ...2
	c	92...96	1 ...1,5
26	*a*	88...92	1 ...1,5
	i	88...95	1,5...2
27	*a*	88...92	1,5...2
	b	76...84	2 ...3
28	*a*	88...92	1,5...2
	b	76...84	2 ...3
29	*a*	85...87	2 ...3
	b	85...87	2 ...3
30	*a*	65...69	2 ...2,5
	c	80...84	2 ...3
31	*a*	65...69	1,5...2,5
	c	80...87	2 ...3

| | | |

lor și solicită producătorului de fire reglaje tehnologice mai strînse în vederea asigurării unor tensiuni la bobinare—respectiv, densități de înfășurare ale bobinelor livrate în limite mai restrînse în tot cuprinsul formatului. Această concluzie a fost operativ acceptată și aplicată de C.F.S. Iași. În cazul firelor SET de finețe 110/32 dTex s-au înregistrat tensiuni la alimentare de 1,5...2,5 ; 2...3 și 2...4 cN, intervale corespunzătoare procesului de tricotare și cerințelor de calitate ale tricoturilor.

3. Pentru a stabili modul cum afectează parametrii procesului de tricotare proprietățile fizico-mecanice ale firelor s-au extras fire din tricoturile realizate, crude și finisate, și s-au determinat pe un aparat INSTRON diagramele efort—alungire pe baza cărora s-au calculat: modulele de elasticitate, $P_{(1\%)}$, E ; forțele și deformațiile la limitele de curgere și rupere, P_c, P_r, δ_c, δ_r, și la limita domeniului elastic, P_e și δ_e. Datele primare nu se prezintă în lucrare dar cele referitoare la diminuarea modulului de elasticitate E în funcție de adîncimea de buclare X și viteza de lucru n, precum și la rezistențele la rupere în funcție de aceeași parametri au fost transpuse în diagramele E—X și P_r—X (fig. 1 și 2).

Analiza rezultatelor și diagramelor permite evaluarea fenomenelor și pune în evidență faptul că tensiunea firului la alimentare — ca sursă a tensiunilor staționare funcție de adîncimea de buclare, cumulată cu tensiunile dinamice care se dezvoltă în fir în timpul procesului de formare a ochiurilor, afectează semnificativ caracteristicile fizico-mecanice ale firelor în sensul diminuării modulului inițial $P_{(1\%)}$ (în medie 8...15 %, cu valori mai mari pentru adîncimea de buclare la limitele superioare ale intervalelor cercetate), modulului de elasticitate E (sensibil mai redus la firul SET 110/32 dTex față de SET 167/32 dTex respectiv, PES 167/32 dTex), rezistenței la rupere P_r, mai accentuate pentru firele extrase din tricoturile finite. Diferențele mari ale valorilor P_r pentru $X = 1{,}3$ mm ale firului SET 167/32 dTex ca și cele pentru $X = 1{,}45$ mm ale firului PES de finețe 167/32 dTex indică modificări în structura firului și necesită investigații suplimentare ; ușoare majorări ale limitei domeniului elastic P_e (3...5 %) și deformațiilor la rupere δ_r (5...7 %). Evaluările stabilite se pot constitui ca date de mare interes practic pentru conducerea științifică a procesului de tricotare a firelor PES-SET și demonstrează posibilitatea creșterii vitezelor de tricotare dat fiind diferențele relativ mici între diminuările caracteristicilor fizico-mecanice ale firelor pentru cele două trepte de viteză experimentate.

4. În vederea extinderii domeniilor de utilizare a firelor SET 110/32 dTex și în scopul de a conferi tricoturilor mase specifice diminuate au fost create și realizate pe o mașină TEXTIMA—MULTILOCK un număr de 10 structuri interloc cu ochiuri duble (fig. 3), variantele *22...31*. Se menționează faptul că tricoturile au fost realizate în condițiile tehnologice prezentate în tabelul 4, cu adîncimea de buclare de 0,9 mm și cu o viteză de rotație a fonturilor de 20 rot/min, ceea ce corespunde la o viteză periferică de 0,4712 m/s.

După tricotare toate variantele cercetate, *1...31*, au fost supuse unui proces de finisare care a cuprins fazele : degresare-spălare și termofixare la 160°...180°C.

5. Pentru a studia comparativ produsele realizate din fire PES-SET în cadrul cercetării s-au determinat la toate variantele desimile pe orizon-

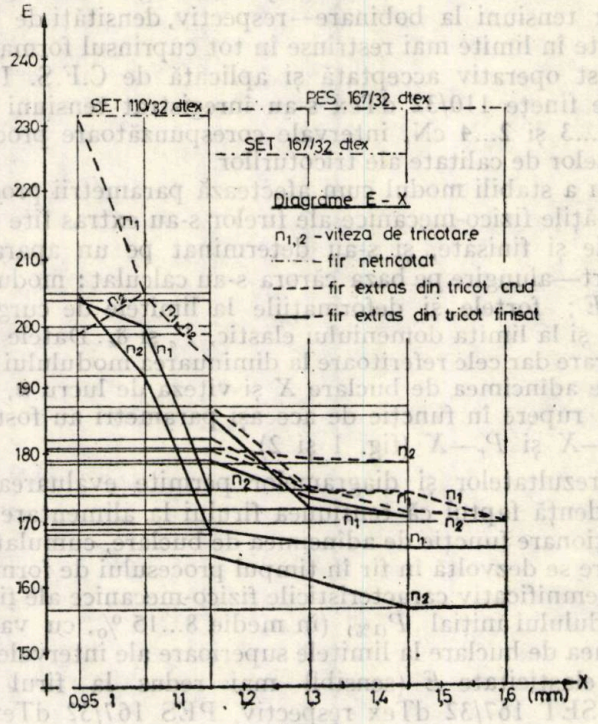

E
240
230
220
210
200
190
180
170
160
150
SET 110/32 dtex
PES 167/32 dtex
SET 167/32 dtex
Diagrame E - X
n1,2 - viteza de tricotare
fir netricotat
fir extras din tricot crud
fir extras din tricot finisat
0,95 1 1,1 1,2 1,3 1,4 1,5 1,6 (mm) X

Fig. 1

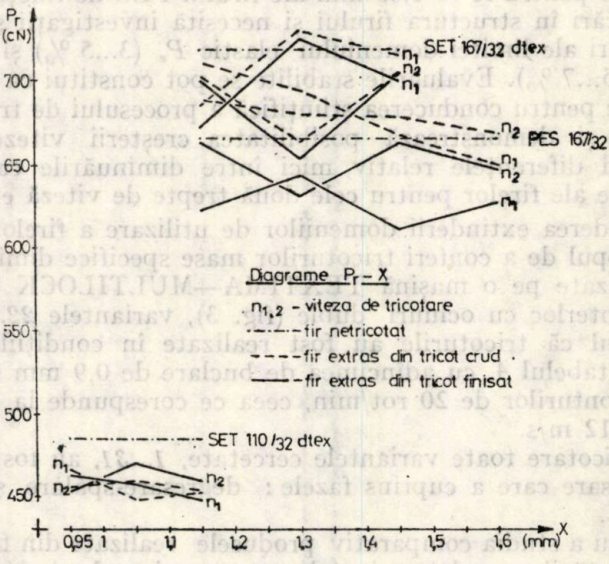

Pr (cN)
700
650
600
550
500
450
SET 167/32 dtex
PES 167/32 dtex
SET 110/32 dtex
Diagrame Pr - X
n1,2 - viteza de tricotare
fir netricotat
fir extras din tricot crud
fir extras din tricot finisat
0,95 1 1,1 1,2 1,3 1,4 1,5 1,6 (mm) X

Fig. 2

tală D_0 și verticală D_v, lungimea firului dintr-un ochi l, masa unui m^2, M, grosimea tricotului g_t, rezistențele și deformațiile la rupere în lungime și lățime P_{rL}, δ_{rL}, P_{rl}, δ_{rl} și permeabilitatea la aer P_a, conform normelor în vigoare. Rezultatele determinărilor se prezintă în tabelul 5.

Tabelul 5

Parametrii de structură, proprietățile fizico mecanice și funcționale ale tricoturilor realizate din fire PES-SET

Varianta nr.	Fire	D_0 s/50 mm	D_v r/50 mm	l mm	M_2 g/m²	g_t mm	P_{rL} daN	δ_{rL} %	P_{rl} daN	δ_{rl} %	P_a m³/min m²
1	PES 167/32	52,5	48	3,87	158,8	0,80	52,8	62,6	25,4	236,0	133,34
2	PES 167/32	50,7	40	4,29	137,0	0,75	54,8	61,6	19,8	271,0	133,34
3	PES 167/32	51,2	36,5	4,76	139,3	0,84	54,8	59,7			120,51
4	PES 167/32	51,5	32,0	5,16	133,4	0,87	59,8	63,3			161,53
5	PES 167/32	52,5	48,5	4,10	159,2	0,78	55,9	67,8	20,16	215,3	138,46
6	PES 167/32	50,1	40,5	4,35	140,3	0,77	56,5	62,6	21,30	244,3	125,64
7	PES 167/32	52,4	36,0	4,85	141,7	0,84	51,5	55,3			115,38
8	PES 167/32	50,4	32,0	5,31	126,9	0,85	52,3	60,0			164,10
9	SET 167/32	52,2	47,7	4,10	140,2	0,58	57,25	57,75	20,83	227,3	189,74
10	SET 167/32	52,0	41,2	4,10	133,6	0,68	57,6	59,6	21,80	254,0	182,05
11	SET 167/32	52,8	36,6	4,53	133,2	0,70	69,6	61,0			141,02
12	SET 167/32	52,3	49,0	3,81	147,8	0,64	46,6	53,2	24,50	224,3	187,18
13	SET 167/32	50,5	42,0	4,02	135,7	0,63	56,6	61,0	21,3	253,5	184,61
14	SET 167/32	53,8	36,6	4,27	137,3	0,69	67,8	58,75			146,15
15	SET 167/32	51,7	47,0	3,91	144,0	0,64	61,5	66,75	26,6	249,5	187,18
16	SET 110/32	52,9	50,8	3,52	95,9	0,45	37,5	47,00	18,25	198,0	174,35
17	SET 110/32	54,2	46,0	3,73	90,7	0,45	42,1	57,00	17,8	225,5	176,92
18	SET 110/32	55,6	41,8	4,04	93,7	0,57	28,7	43,00	13,6	247,0	179,48
19	SET 110/32	55,5	50,8	3,79	96,0	0,44	39,2	49,50	19,0	208,0	166,67
20	SET 110/32	55,6	46,0	3,58	91,7	0,44	44,4	54,60	17,5	230,3	182,05
21	SET 110/32	57,5	45,6	3,50	102,2	0,62	28,9	49,60	16,08	246,0	174,35
22	SET 110/32	54,2	33,0		103,0		20,5	44,00	11,00	85,0	
23	SET 110/32				109,2		22,6	46,80	11,50	81,0	
24	SET 110/32	49,5	35,0		100,8		21,5	44,5	11,00	112	
25	SET 110/32	52,0	29,2		146,4		33,7	52,5	36,60	128	
26	SET 110/32	49,7	39,0		108,6		42,5	51,5	23,50	135	
27	SET 110/32	50,3	30,6		114,0		47,0	37,2	27,00	114	
28	SET 110/32	51,2	44,0		103,6		51,5	44,5	24,50	123	
29	SET 110/32	50,3	36,0		119,6		50,0	42,6	27,70	104	
30	SET 110/32	50,6	40,0		111,0		55,0	37,0	26,50	116	
31	SET 110/32	50,8	45,8		97,80		52,0	41,0	27,50	105	

Analiza datelor din tabelul 5 permite consemnarea următoarelor aspecte :

a) adîncimea de buclare influențează puternic desimile pe verticală D_v, și masa unității de suprafață M, variantele *1...4*, *5...8*, *9...11*, *12...14*, *16...18* și *19...21*. Cu foarte puține excepții, care necesită repetarea experimentărilor, se constată diminuări importante ale maselor la creșterea adîncimilor de buclare ;

b) în aceleaşi condiţii tehnologice de prelucrare a firelor PES şi SET de finețe 167/32 dTex au rezultat tricoturi cu mase comparabile. Desigur, nu trebuie subestimată influenţa tensiunilor la alimentarea firelor. Valorile mari ale tensiunilor la alimentare, cuprinse în domeniul elastic, determină modificări dimensionale importante ale tricoturilor crude în timpul de odihnă şi creşteri ale maselor unităţii de suprafaţă (varianta *15* faţă de varianta *6*) ;

c) între proprietăţile fizico-mecanice şi funcţionale ale tricoturilor rezultate din fire PES şi SET de finețe 167/32 dTex nu se constată diferenţe care să afecteze domeniile sau condiţiile de utilizare. Se menţionează totuşi valorile mai scăzute ale grosimii şi mai mari ale permeabilităţii la aer ale tricoturilor realizate din fire SET faţă de PES ;

d) noile tipuri de structuri realizate atestă prin caracteristici şi proprietăţi largi posibilităţi de extindere a utilizării firului SET de finețe 110/32 dTex.

6. **Concluzii**. Cercetările efectuate permit următoarele aprecieri de ansamblu :

1. Firele tip SET se pot prelucra în tricotaje cu rezultate bune. Observaţiile tehnologice, care nu se prezintă în lucrare, au permis stabilirea condiţiilor de calitate ale bobinelor SET 167/32 dTex.

2. Caracteristicile firelor PES-SET, în mod deosebit ale firelor 110/32 dTex, oferă premisele creşterii vitezelor de lucru ale maşinilor circulare de tricotat cu diametru mare.

3. Se pot realiza tricoturi din fire SET cu caracteristici şi proprietăţi similare celor din fire PES clasice.

4. Creşterea finețelor maşinilor circulare de tricotat cu diametru mare (tendinţă pregnantă pe plan mondial), necesită amplificarea producţiei de fire mai fine.

Primită la 12 noiembrie 1980

Institutul politehnic, I
Combinatul chimic Săvi
Laboratorul III Ia
şi
Institutul de cercetări
Filiala Iaşi

BIBLIOGRAFIE

1. Aisaka N. e. al., *Knitting Tension during Weft-knitting*. The Textile Machinery of Japan, Osaka, *6*, 228 (1969).
2. Далидович А. С., *Основы теории вязания*. Изд. „Легкая пром.", М., 1970.
3. Ionescu-Muscel I., *Fibrele textile*. Ed. tehn., Buc., 1978.
4. Mateescu M., *Tehnologia tricotajelor*. Ed. did. şi ped., Buc., 1970.

RECHERCHE SUR LA MISE EN OEUVRE EN TRICOTAGE DES FILS S-SET

(Résumé)

La recherche faite envisage la distinction des aspects de mise en oeuvre en tricotage du fils SET en comparaison avec les fils classiques PES dans des conditions technologiques rigoureuses contrôlées et reproductibles, l'influence des paramètres du processus conc... les propriétés des fils et des paramètres et les propriétés du produit ainsi que la création ... nouvelles structures tricotées.

40822